

T H E S E

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE NANCY 1

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Gérard EDELIN

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA MONTEE DES DISLOCATIONS
FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE MAGNESIUM EN COMPRESSION
SUIVANT L'AXE $\bar{C}$**

Soutenue le 27 septembre 1972, devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAMPIER Président

M. GERL

G. SAADA Examineurs

J.P. POIRIER

T H E S E

PRESENTEE

A L'UNIVERSITE DE NANCY 1

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Gérard EDELIN

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA MONTEE DES DISLOCATIONS
FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE MAGNESIUM EN COMPRESSION
SUIVANT L'AXE $\bar{C}$**

Soutenue le 27 septembre 1972, devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAMPIER Président

M. GERL

G. SAADA Examineurs

J.P. POIRIER



REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué dans les laboratoires de la Section de Recherches de Métallurgie Physique du Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay.

Le professeur G. CHAMPIER a dirigé cette étude. Je lui exprime toute ma gratitude pour l'intérêt constant qu'il a porté à ce travail, pour ses conseils et ses critiques, et pour la qualité de l'enseignement qu'il m'a prodigué antérieurement.

Je remercie également le docteur Y. ADDA, qui dirige la SRMP, pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour avoir suivi avec autant d'intérêt les progrès de ce travail.

J'adresse aussi mes plus vifs remerciements aux docteurs J.M. DUPOUY et J.P. POIRIER qui ont eu la charge de me guider au long de cette étude, et avec lesquels j'ai eu de très fructueuses discussions. Je remercie en outre le docteur J.P. POIRIER pour avoir accepté de faire partie de mon jury.

Les professeurs M. GERL et G. SAADA m'ont fait l'honneur de participer à mon jury. Qu'ils en soient vivement remerciés.

Toute ma gratitude va également aux membres de la SRMP, pour la disponibilité dont ils ont toujours fait preuve. Je pense en particulier à Monsieur R. LE HAZIF, dont la collaboration m'a été très précieuse à bien des égards.

Madame BUREAU a eu la lourde charge de dactylographier cette thèse. Qu'elle soit remerciée pour la diligence avec laquelle elle s'est acquittée de cette tâche.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551918_0023

PLAN

CHAPITRE I - INTRODUCTION

CHAPITRE II - METHODES EXPERIMENTALES

2-1 - Fabrication des monocristaux

2-2 - Préparation des échantillons

2-3 - Machine de fluage

2-4 - Préparation des lames minces pour la microscopie électronique

CHAPITRE III - RESULTATS EXPERIMENTAUX

3-1 - Domaine expérimental

3-2 - Analyse des courbes de fluage

3-2-1 - Variation de la vitesse de fluage au cours du temps

3-2-2 - Mesure de l'énergie d'activation

3-2-2-1 - Sauts de température

3-2-2-2 - Comparaison des vitesses de fluage à déformation
donnée

3-2-3 - Détermination de l'effet de la contrainte

3-2-4 - Discussion

3-3 - Observation en microscopie électronique de lames parallèles à un
plan prismatique

3-3-1 - Aspect

3-3-2 - Détermination du mode de déformation

3-3-3 - Mesure de la densité des dislocations $\bar{c}$

3-3-3-1 - Technique utilisée

3-3-3-2 - Variation de la densité des dislocations $\bar{c}$ avec la
déformation

3-3-3-3 - Valeur de la vitesse de montée

3-4 - Observation en microscopie électronique de lames parallèles au plan
de base

3-5 - Fluage de monocristaux contenant des précipités

3-5-1 - Matériau utilisé

3-5-2 - Analyse des courbes de fluage

3-5-3 - Observation des échantillons déformés en microscopie électro-
nique

3-5-4 - Discussion

CHAPITRE IV - INTERPRETATION DES RESULTATS

4-1 - Vitesse de montée

4-1-1 - Calcul de la vitesse de montée

4-1-1-1 - Relation générale

4-1-1-2 - Valeur de l

4-1-1-3 - Valeur de x

4-1-2 - Comparaison avec les résultats expérimentaux

4-1-3 - Discussion

4-1-3-1 - Rôle de la géométrie du problème de diffusion

4-1-3-2 - Rôle de l'efficacité des dislocations $\bar{a}$

4-1-3-3 - Rôle de l'énergie d'interaction lacune-dislocation

4-1-3-4 - Rôle des crans d'intersection

4-1-3-5 - Dissociation de la dislocation $\bar{c}$

4-1-3-6 - Rôle des contraintes internes

4-1-3-7 - Rôle des parois de polygonisation

4-2 - Evolution de la vitesse de fluage au cours du temps

4-2-1 - Modèle utilisé

4-2-2 - Résultats

4-2-3 - Comparaison avec les résultats expérimentaux

4-2-4 - Cas du magnésium contenant des précipités

CHAPITRE V - CONCLUSION

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXES

TABLEAUX

LEGENDE DES FIGURES

FIGURES

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA MONTEE DES DISLOCATIONS

FLUAGE DE MONOCRISTAUX DE MAGNESIUM EN COMPRESSION

SUIVANT L'AXE $\bar{C}$

CHAPITRE I

INTRODUCTION

L'émission ou l'absorption de défauts ponctuels par une dislocation constitue le phénomène de montée. Ce phénomène peut intervenir, soit lorsque le cristal contient des défauts ponctuels hors d'équilibre, soit encore lorsque la dislocation est soumise à une force hors de son plan de glissement.

Cela étant, la montée des dislocations intervient dans des situations expérimentales très variées. Elle joue par exemple un rôle important dans l'élimination des défauts de trempe ou d'irradiation, la restauration et la recristallisation, le fluage à haute température et l'effet Kirkendall.

En pratique, une bonne compréhension de toutes ces expériences n'est possible, que si on peut calculer la vitesse de montée des dislocations dans des conditions expérimentales données. D'une manière générale, on sait que cette vitesse peut être contrôlée, soit par la diffusion des défauts ponctuels dans le cristal, soit par la cinétique d'émission ou d'absorption de ces défauts par la dislocation; mais la montée reste un processus encore assez mal connu. Sur le plan théorique, les modèles dont on dispose pour calculer la vitesse de montée sont en effet assez schématiques, tandis que sur le plan expérimental, il n'existe à ce jour aucune mesure de la vitesse de montée qui permette véritablement de tester les modèles.

La microscopie électronique permet, certes, d'observer la montée de boucles de dislocation créées par trempe ou par irradiation, mais la comparaison de la vitesse de montée de ces boucles avec les prédictions théoriques est impossible, car on ne connaît pas avec précision les forces auxquelles elles sont soumises.

Le but de la présente étude était donc d'utiliser une situation expérimentale simple, permettant de mesurer la vitesse de montée des dislocations et de la comparer aux prédictions des modèles.

L'expérience la plus simple qu'on puisse concevoir pour faire une étude quantitative de la vitesse de montée, est certainement celle qui consiste à étudier la déformation plastique d'un cristal dont la déformation serait due à la montée pure de dislocations,

à l'exclusion de tout glissement. Une telle expérience n'est évidemment pas réalisable dans les cristaux de structure cubique, dont la symétrie est telle qu'on ne peut pas solliciter les dislocations en montée sans provoquer aussi du glissement. Elle peut en revanche être réalisable dans les cristaux de structure hexagonale.

Lorsqu'on soumet un métal de structure hexagonale à une contrainte dirigée suivant l'axe $\bar{c}$, le seul modèle de glissement sollicité est le glissement pyramidal de deuxième espèce (figure 1). Dans les métaux pour lesquels ce glissement est impossible (Be, Mg*), tous les systèmes de glissement sont donc inhibés.

Des expériences de fluage réalisées sur des monocristaux de béryllium en compression suivant l'axe $\bar{c}$, ont pu montrer que le métal se déforme alors par montée pure de dislocations de vecteur de Burgers $\bar{c}$, situées dans les plans de base [1].

En dépit de la simplicité du processus de déformation, les résultats expérimentaux sont toutefois assez dispersés, et ne donnent pas de renseignements immédiatement interprétables sur la vitesse de montée. Ceci est probablement dû en partie à ce que le béryllium n'est pas le métal le mieux adapté pour une telle étude : il est toujours relativement impur, et une transformation de phase cubique centré $\rightarrow$ hexagonal compact à haute température empêche d'obtenir les monocristaux à faible sous-structure nécessaires dans ce genre d'expérience, où l'orientation des échantillons doit être très précise pour éviter que du glissement basal n'intervienne.

Parmi les métaux pour lesquels le glissement pyramidal de deuxième espèce est inopérant, le magnésium est pratiquement le seul qui convienne pour ce type d'étude :

- il ne présente pas de changement de phase,
- le glissement pyramidal de deuxième espèce y est inopérant pour des températures supérieures à 300 °C [2],
- on peut l'obtenir relativement pur,
- son point de fusion est assez bas pour que la fabrication des monocristaux et la réalisation des expériences de fluage ne posent pas de problèmes techniques importants,
- on sait l'usiner chimiquement, ce qui permet de préparer les échantillons sans risque de maillage ni d'écrouissage parasite.

Nous avons donc choisi de faire des expériences de fluage sur des monocristaux de magnésium, en compression suivant l'axe $\bar{c}$.

Nous devons d'abord montrer que la déformation de nos échantillons est bien due à la montée pure de dislocations de vecteur de Burgers $\bar{c}$. Nous pourrions ensuite déterminer la vitesse de montée de ces dislocations, et discuter les résultats obtenus. En particulier, nous chercherons à préciser si la vitesse de montée est contrôlée par la diffusion des lacunes dans le cristal, ou par la vitesse d'émission ou d'absorption des lacunes sur les dislocations. Enfin, nous chercherons à déterminer les mécanismes du fluage.

* seulement à haute température

CHAPITRE II

METHODES EXPERIMENTALES

2-1 - Fabrication des monocristaux

Les monocristaux de magnésium sont préparés par la méthode de Bridgman à partir d'un matériau de pureté 99,99 %.

Le montage utilisé permet d'obtenir des barreaux monocristallins germés. Il comprend pour l'essentiel (figure 2) :

- un four mobile dont la vitesse est de 8 mm/heure,
- un moule en graphite formé de deux demi-coquilles. Celui-ci comporte à sa partie inférieure un logement pour le germe ($2 \times 2 \times 30$ mm) et les passages pour deux thermocouples (figure 3). La fabrication du germe utilise les techniques décrites au paragraphe 2-2,
- un puits de refroidissement en cuivre permettant d'assurer grâce à une circulation d'eau un gradient de température d'environ $10^\circ\text{C}/\text{cm}$ au niveau du germe,
- un enregistreur MECI grâce auquel on peut contrôler les températures aux deux extrémités du germe.

La fusion est effectuée sous atmosphère d'argon.

Les barreaux monocristallins obtenus sont des parallélépipèdes de dimensions $20 \times 20 \times 150$ mm, dont une des faces est voisine du plan (0001). Leur sous-structure a une désorientation qui ne dépasse pas $30'$.

L'analyse du produit obtenu est donnée au tableau I.

2-2 - Préparation des échantillons

Les échantillons utilisés sont des parallélépipèdes ayant typiquement une section de 6×6 mm et une hauteur de 7 mm. La face de compression est un plan (0001) à mieux que $10'$ près. Une grande précision dans l'orientation est en effet nécessaire si on désire éviter de solliciter le glissement basal dont la cission critique est voisine de $0,4 \text{ MN/m}^2$ [3 à 6]. Les faces latérales sont perpendiculaires au plan de base à $10'$ près. Leur orientation est voisine des plans $(11\bar{2}0)$ et $(10\bar{1}0)$ (figure 4).

L'usinage des échantillons se fait entièrement chimiquement. Ceci permet d'éviter l'écrouissage et surtout le maclage. Les techniques utilisées ont été décrites en détail par ailleurs [7] : on effectue d'abord un découpage grossier au moyen d'une scie à fil, puis on termine l'usinage grâce à une polisseuse à bande de tergal. Dans les deux cas le bain de polissage utilisé est une solution aqueuse à 10 % d'acide nitrique. L'état de surface obtenu par cette méthode est bon, et les faces de l'échantillon peuvent être considérées

comme planes et parallèles à $\pm 0,01$ mm près.

L'orientation de la face de compression est effectuée par une méthode de double Laue sur le plan (0001) [7]. Des cales rectifiées permettent d'usiner les faces latérales perpendiculaires au plan de base et perpendiculaires entre elles.

Remarquons que les dimensions des échantillons sont telles que le glissement pyramidal de deuxième espèce ne peut pas s'effectuer librement, car les plans $\{11\bar{2}2\}$ ne débouchent pas (figure 4).

2-3 - Machine de fluage

Les essais de fluage sont effectués sous atmosphère d'argon à la pression atmosphérique au moyen d'une machine schématisée sur la figure 5. La force est transmise par l'intermédiaire d'un bras de levier (1) à un piston (2) dont le mouvement axial est rendu possible grâce à un soufflet métallique souple (3). La contrainte est maintenue constante pendant l'essai en ajoutant des charges sur le plateau (4). La correction de charge est calculée en tenant compte de ce que le volume de l'échantillon reste constant. Deux capteurs de déplacement (5 et 6) TESA GT 10, linéaires à 0,1 %, sont utilisés pour mesurer :

- la force transmise à l'échantillon, grâce à un anneau dynamométrique (7),
- l'élongation de l'échantillon. Celle-ci est enregistrée avec une sensibilité allant de 0,1 à 1 μm .

Les forces appliquées peuvent varier de 150 à 1500 N et sont connues à ± 5 N près. La température dans l'enceinte peut atteindre 1000 °C. Elle est mesurée à ± 2 °C par deux thermocouples.

Pour éviter que l'échantillon ne se soude aux plateaux de compression durant l'expérience, on doit enduire ceux-ci d'une solution colloïdale de graphite dans l'ammoniaque (Aquadag) avant chaque essai.

2-4 - Préparation des lames minces pour la microscopie électronique

La préparation des lames minces pour l'observation en microscopie électronique met en oeuvre les techniques d'usinage chimique invoquées au paragraphe 2-2.

L'échantillon est d'abord découpé suivant l'orientation désirée grâce à la scie à fil. On obtient ainsi une lame d'environ 1 mm d'épaisseur qu'on amincit sur la polisseuse à bande jusqu'à une épaisseur de 200 μm . Cette lame est ensuite plongée dans une solution d'acide chlorhydrique à 2 % dans l'alcool éthylique. Lorsque son épaisseur est inférieure à 50 μm , on effectue l'amincissage chimique final, dans un bain contenant 1/3 d'acide nitrique et 2/3 d'alcool méthylique refroidi à -30 °C.

Les lames minces sont observées en transmission sur un microscope Siemens Elmiskop I.

CHAPITRE III

RESULTATS EXPERIMENTAUX

3-1 - Domaine expérimental

Le domaine expérimental s'étend de 350 à 630 °C (0,675 à 0,985 T_f) en température et de 3 à 23 MN/m² ($1,75 \cdot 10^{-4}$ à $1,35 \cdot 10^{-3}$ μ^*) en contrainte ($1 \text{ MN/m}^2 = 0,102 \text{ kgf/mm}^2$).

Pour des contraintes un peu supérieures à cette dernière valeur, on constate que l'échantillon se déforme par pliage (figure 6), tandis que dans le domaine expérimental, il reste globalement parallélépipédique au cours de la déformation (figure 7).

3-2 - Analyse des courbes de fluage

Dans tout ce qui suit, on désigne par ϵ la déformation rationnelle :

$$\epsilon = - \text{Log} \frac{l}{l_0}$$

où l désigne la longueur de l'échantillon, et l_0 sa longueur initiale.

3.2.1 - Variation de la vitesse de fluage au cours du temps

Les courbes de fluage $\epsilon(t)$ obtenues peuvent toutes être analysées en deux parties (figure 8) :

- a) jusqu'à une déformation voisine de 1%, la vitesse de fluage décroît au cours du temps,
- b) pour les déformations supérieures à cette valeur, la vitesse de fluage ne cesse de croître. Ce comportement est analogue à celui qui a été observé sur des monocristaux de béryllium et d'alliage béryllium-cuivre sollicités dans les mêmes conditions [1,9].

Les courbes $\epsilon(t)$ donnant la variation de la vitesse de fluage avec le temps ont toutes la même allure (figure 9). Après une décroissance initiale, la vitesse de fluage croît linéairement en fonction du temps jusqu'à une déformation de 6 à 10%, suivant les échantillons. Au-delà, la croissance de $\dot{\epsilon}$ est moins rapide, mais à nouveau linéaire, sauf peut-être dans le cas des faibles contraintes.

On examinera au paragraphe 4-4 comment on peut interpréter ce comportement. Toutefois disons de suite que la décroissance initiale de la vitesse de déformation n'est pas nécessairement due à un phénomène physique précis, mais peut provenir d'un rattrapage des défauts de surface de l'échantillon et des plateaux de compression graphités

* La valeur de μ adoptée ici est celle donnée par Slutsky et Garland [8] à la température ambiante, soit sensiblement $1,70 \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$.

(paragraphe 2-3). Des défauts de l'ordre de 0,03 mm sur chacune des surfaces de compression suffiraient en effet à expliquer le phénomène.

Remarquons enfin que les vitesses de déformation qu'on a obtenues sont grandes. Elles sont comprises entre $2 \cdot 10^{-7}$ et $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

3.2.2 - Mesure de l'énergie d'activation

En raison de l'absence de régime permanent, on doit faire quelques restrictions sur la validité des méthodes usuelles de mesure de l'énergie d'activation. Toutefois, si on fait l'hypothèse que la vitesse des dislocations mobiles reste constante pendant l'essai*, et que leur densité n'est pas fonction de la température, on obtiendra une valeur significative de l'énergie d'activation du fluage en employant la méthode des sauts de température, ou en comparant les vitesses de déformation d'échantillons différents déformés de la même quantité à la même contrainte.

Les hypothèses ci-dessus ayant pu être vérifiées grâce aux observations en microscopie électronique (paragraphe 3-3), on a employé les deux méthodes.

3.2.2.1 - Sauts de température

On a effectué des sauts de température dans les domaines de déformation où $\dot{\epsilon}$ varie linéairement en fonction du temps. Ainsi on peut extrapoler aisément pour obtenir les vitesses de déformation au moment du saut (figure 10).

Les résultats obtenus sont donnés au tableau II et portés sur un graphique donnant $\Delta \log \dot{\epsilon}$ en fonction de $\Delta(1/T)$ sur la figure 11. Alors que les valeurs individuelles des énergies d'activation sont assez dispersées et ont pour valeur moyenne $1,67 \pm 0,4 \text{ eV}$, la courbe de la figure 11 conduit à une estimation plus précise : $1,78 \pm 0,07 \text{ eV}^{**}$, indépendante de la contrainte. Ce dernier résultat est probablement plus digne de confiance que le précédent dans la mesure où la méthode qui consiste à porter $\Delta \log \dot{\epsilon}$ en fonction de $\Delta(1/T)$ accorde d'autant plus d'importance aux mesures qu'elles correspondent à un écart de température plus grand, donc qu'elles sont plus précises.

3.2.2.2 - Comparaison des vitesses de fluage à déformation donnée

On a également déterminé l'influence de la température sur la vitesse de fluage d'échantillons ayant subi la même déformation à la même contrainte.

Les résultats relatifs à la vitesse de fluage $\dot{\epsilon}_{5\%}$ pour une déformation de 5% sont donnés au tableau III et portés sur un diagramme d'Arrhénius sur la figure 12. L'énergie d'activation est de $1,74 \pm 0,06 \text{ eV}$, indépendante de la contrainte aux dispersions expérimentales près.

* Ceci implique que l'augmentation de la vitesse de fluage est due au seul accroissement de leur densité.

** Dans tout ce qui suit, les marges d'erreur correspondent à l'intervalle de confiance à 67%.

Les résultats relatifs à une déformation de 15% sont présentés de la même façon dans le tableau III et sur la figure 13. On mesure une énergie d'activation de $1,82 \pm 0,06$ eV.

Dans ces conditions, on peut donc conclure que l'énergie d'activation du fluage est voisine de 1,80 eV. Elle est indépendante de la contrainte dans la limite des erreurs expérimentales.

3.2.3 - Détermination de l'effet de la contrainte

L'effet de la contrainte sur la vitesse de fluage a été déterminé par l'intermédiaire de l'exposant de la contrainte $m = \left(\frac{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}{\partial \text{Log } \sigma} \right)_T$.

On mesure habituellement m sur un graphique donnant $\text{Log } \dot{\epsilon}$ en fonction de $\text{Log } \sigma$. Cette méthode n'est pas applicable directement ici en raison de l'absence de régime permanent. En effet, la vitesse de déformation à température donnée n'est pas fonction uniquement de la contrainte, mais aussi de la déformation. On a donc effectué tous les sauts de contrainte à partir d'une même contrainte initiale $\sigma_0 = 12 \text{ MN/m}^2$. La vitesse de déformation est alors $\dot{\epsilon}_0$. Après le saut, la contrainte est σ , la vitesse de fluage $\dot{\epsilon}$. On a porté $\log \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0$ en fonction de $\log \sigma / \sigma_0$.

Par ailleurs on peut également déterminer l'exposant de la contrainte au moyen des droites d'Arrhénius utilisées pour mesurer l'énergie d'activation du fluage (figures 12 et 13). Puisque ces droites sont parallèles, m est indépendant de la température. On a donc mesuré $\dot{\epsilon}$ à une température arbitraire en prenant pour unité la valeur $\dot{\epsilon}_0$ relative à la contrainte de référence $\sigma_0 = 12 \text{ MN/m}^2$.

Les résultats obtenus par les deux méthodes décrites ci-dessus sont portés sur un même graphique donnant $\log \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0$ en fonction de $\log \sigma / \sigma_0$ (figure 14). Ils s'alignent sur une même droite, de pente $m = 2,70 \pm 0,15$.

3.2.4 - Discussion

Les vitesses de fluage qu'on obtient en compression suivant l'axe $\bar{c}$ sont grandes (paragraphe 3-2-1). Il est donc peu probable qu'elles soient attribuables au glissement pyramidal de deuxième espèce qu'on sait ne pas opérer au-dessus de 300 °C [10], et qui en outre ne peut pas s'effectuer librement dans nos échantillons. Par ailleurs, les six plans $\{11\bar{2}2\}$ étant sollicités simultanément on s'attendrait à une diminution rapide de la vitesse de fluage au cours de la déformation. Or c'est à une augmentation de celle-ci qu'on assiste.

On ne peut pas non plus invoquer le glissement basal comme mode de déformation : la rotation du plan (0001) au cours du fluage ramènerait celui-ci perpendiculairement à l'axe de compression pour des déformations bien inférieures à celles qu'on atteint.

Un fluage du type Herring-Nabarro mettant en jeu un flux de lacunes entre les surfaces de l'échantillon ne peut pas non plus rendre compte des vitesses de déformation observées. La vitesse de fluage résultant de ce processus est donnée en effet par la relation

$$[\text{11}] \quad \dot{\epsilon} = B \frac{D}{d^2} \frac{\sigma \Omega}{kT}$$

où : - d est l'arête de l'échantillon, supposé cubique ($d \approx 6 \text{ mm}$)

- D est le coefficient d'autodiffusion*

- Ω le volume atomique ($2,28.10^{-23} \text{ cm}^3$)

- B une constante voisine de 12 pour un échantillon cubique.

A 500°C , avec une contrainte de 12 MN/m^2 , la relation ci-dessus donne une vitesse de fluage de $8.10^{-10} \text{ s}^{-1}$, alors qu'on mesure 1.10^{-4} s^{-1} .

Dans ces conditions on a cherché à obtenir des informations complémentaires sur le mode de déformation mis en jeu en examinant les échantillons déformés en microscopie électronique.

3-3 - Observation en microscopie électronique de lames parallèles à un plan prismatique

3-3-1 - Aspect

Dans les échantillons déformés, on n'a pu observer aucune dislocation de vecteur de Burgers $\bar{c} + \bar{a}$ ($\frac{1}{3} < 11\bar{2}3 >$).

En revanche, on trouve une densité importante (10^6 à 10^7 cm^{-2}) de segments de dislocation de vecteur de Burgers $\bar{c}$ ($[0001]$) situés dans les plans de base (figure 15). Ces dislocations sont visibles lorsqu'on utilise un plan réflecteur (0002) mais ne sont pas en contraste avec les plans réflecteurs du type $\{11\bar{2}0\}$. On a pu en observer quelques-unes dans les échantillons non déformés où leur densité est probablement inférieure ou égale à 10^4 cm^{-2} .

Les dislocations de vecteur de Burgers $\bar{a}$ ($\frac{1}{3} < 11\bar{2}0 >$) sont pour la plupart arrangées en parois de polygonisation. La désorientation entre les sous-grains est comprise entre 10^{-3} et 10^{-2} radian (3 à $30'$), tandis que la taille du réseau de Frank peut être estimée entre 5 et $10 \mu\text{m}$. On a remarqué fréquemment qu'il existe des interactions élastiques notables entre les parois de polygonisation et les dislocations $\bar{c}^{**}$ (figure 16).

3-3-2 - Détermination du mode de déformation

Les observations en microscopie électronique confirment donc les conclusions énoncées au paragraphe précédent, à savoir :

- le glissement pyramidal de deuxième espèce n'est pas le mode de déformation de nos échantillons. Si cela était, on devrait en effet trouver une densité importante de dislocations de vecteur de Burgers $\bar{c} + \bar{a}$ après une déformation de l'ordre de 20%,
- le glissement basal n'intervient pas à grande échelle.

* Dans tout ce qui suit on a adopté les valeurs du coefficient d'autodiffusion déterminées par Combronde et Brébec [12]. L'anisotropie de diffusion étant faible dans le magnésium (de l'ordre de 10%), on ne fait pas d'erreur importante en adoptant la valeur moyenne

$$D = 1,8 \exp - \frac{(1,43 \pm 0,06) \text{ eV}}{k T} \quad (\text{cm}^2/\text{s})$$

** Par la suite, on désignera ainsi les dislocations de vecteur de Burgers $\bar{c}$. Cet abus de langage permet de ne pas alourdir le texte.

En revanche, la présence d'une densité importante de dislocations $\bar{c}$ est manifestement liée au fluage. Or pendant la déformation ces dislocations sont soumises à une force de montée pure qui les fait se comporter en puits de lacunes (figure 17). Les dislocations de vecteur de Burgers $\bar{a}$ qui ne sont pas sollicitées peuvent servir de sources de sorte qu'un fluage Nabarro généralisé [13] mettant en jeu un flux de lacunes entre dislocations peut intervenir. L'ordre de grandeur de la vitesse de fluage qui résulte de ce processus est donné par la relation [13]

$$\dot{\epsilon} = \frac{2 \pi \rho D}{\text{Log } \frac{r}{b}} \frac{\sigma \Omega}{kT}$$

où ρ est la densité des dislocations $\bar{c}$ ($\approx 10^7 \text{ cm}^{-2}$)
 b leur vecteur de Burgers ($\approx 5,2 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$)
 D le coefficient d'autodiffusion
 r la distance entre sources et puits de lacunes ($\approx 5 \mu\text{m} = 10^4 b$)
 Ω le volume atomique.

La relation ci-dessus n'est valable que si la vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$ est contrôlée par la diffusion des lacunes, et si le problème de diffusion a une géométrie cylindrique. Cette dernière hypothèse est en fait assez peu contraignante : des calculs utilisant une géométrie plus complexe [1] ont permis de montrer qu'elle conduit en effet au bon ordre de grandeur.

A une température de 500°C , pour une contrainte de 12 MN/m^2 , la relation ci-dessus prédit une vitesse de déformation de $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, contre $1,0 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour la valeur expérimentale. La montée pure des dislocations $\bar{c}$ peut donc rendre compte des vitesses de fluage observées.

Dans ces conditions, le quotient $\dot{\epsilon}/\rho b = v$ doit constituer une estimation de la vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$. Une détermination expérimentale de ce quotient est possible si on peut mesurer la valeur de ρ avec une précision suffisante. Une telle mesure est intéressante puisqu'elle doit permettre d'obtenir directement les valeurs de l'énergie d'activation et de l'exposant de la contrainte de la vitesse de montée, et de les comparer aux prédictions théoriques et aux valeurs qu'on obtient plus indirectement par l'analyse des courbes de fluage.

3-3-3 - Mesure de la densité des dislocations $\bar{c}$

3-3-3-1 - Technique utilisée

Lorsqu'on observe une lame parallèle à un plan prismatique avec un plan réflecteur (0002), les dislocations $\bar{c}$ sont les seules en contraste et apparaissent sous forme de segments parallèles. La mesure de leur densité est donc aisée si on utilise la technique qui consiste à déterminer le nombre de leurs intersections avec une des surfaces de la lame [14]. On montre en Annexe A que dans le cas d'une lame d'épaisseur $2500 \text{ \AA}$ la valeur de ρ ainsi mesurée représente à peu près $1/3$ de la densité réelle ρ_r .

En toute rigueur, c'est d'ailleurs la densité ρ_m des dislocations mobiles qu'il faudrait déterminer pour calculer la vitesse de montée. Les seuls obstacles visibles au mouvement des dislocations $\bar{c}$ sont pratiquement constitués par les parois de polygonisation, dans lesquelles on a pu observer que moins de 50 % des dislocations semblaient se trouver bloquées. Dans ces conditions $\frac{\rho_r}{2} < \rho_m < \rho_r$. Comme ρ constitue par ailleurs une estimation de ρ_r par défaut on a certainement $\rho_m \approx \rho$.

Cette conclusion n'est plus valable si les dislocations $\bar{c}$ peuvent s'éliminer à la surface de la lame au cours de l'amincissement. Une telle éventualité apparaît peu probable car les dislocations $\bar{c}$ sont apparemment très peu mobiles. On constate en effet qu'elles restent immobiles lorsqu'on chauffe la lame par le faisceau d'électrons, alors que les dislocations de vecteur de Burgers $\bar{a}$ s'éliminent en partie.

En pratique, pour faire une mesure de la densité on effectue des comptages en cours d'observation sur 100 à 200 plages de surface 50 cm^2 au grossissement 8 000. Dans ces conditions on compte généralement entre 500 et 1 000 segments de dislocation. L'expérience montre que la dispersion ne dépasse pas $\pm 40 \%$ entre des mesures faites sur des lames en provenance des différentes parties du même échantillon.

3-3-3-2 - Variation de la densité des dislocations $\bar{c}$ avec la déformation

On a déterminé la variation de la densité des dislocations $\bar{c}$ au cours d'un essai de fluage.

Pour limiter les dispersions expérimentales on a utilisé à cette fin un échantillon de grande dimension (hauteur 7 mm, section $6 \times 20 \text{ mm}^2$) dans lequel on a fait des coupes successives en alternance avec une déformation par fluage de quelques pour cents.

Les résultats sont donnés dans le tableau IV et portés sur la figure 18 sous forme d'une courbe $\dot{\epsilon}(\rho)$. On constate qu'aux erreurs expérimentales près, le quotient $\dot{\epsilon}/\rho$ ne dépend pas de la déformation, c'est-à-dire que la vitesse de montée $\dot{\epsilon}/\rho b$ reste constante pendant l'essai. Il en résulte que l'augmentation de la vitesse de fluage avec le temps est due à l'accroissement de la densité des dislocations mobiles et non à une augmentation de leur vitesse.

On a mesuré en outre la variation de ρ avec la déformation ϵ pour des essais effectués à des températures et à des contraintes différentes. On constate que la relation $\rho(\epsilon)$ est indépendante de la température et de la contrainte (figure 19 et tableau V) dans la limite des erreurs expérimentales. La structure de l'échantillon est donc fonction uniquement de sa déformation. Ceci est un point important dans la mesure où les modèles de fluage à haute température font tous intervenir une variation notable de la densité des dislocations mobiles avec la contrainte.

Remarquons par ailleurs que les conclusions auxquelles on parvient ici justifient les hypothèses qu'on a faites pour mesurer l'énergie d'activation du fluage (paragraphe 3-2-2).

3-3-3-3 - Valeur de la vitesse de montée

On a déterminé les variations de la vitesse de montée $v = \dot{\epsilon} / \rho b$ avec la température à contrainte constante, pour différentes valeurs de la contrainte. On a utilisé à cette fin des échantillons analogues à celui qu'on a décrit au paragraphe précédent.

Les résultats sont donnés dans le tableau V et portés sur la figure 20 sous la forme d'un diagramme d'Arrhénius. L'énergie d'activation est de $1,86 \pm 0,06$ eV, identique à celle qu'on a déterminée au moyen des courbes de fluage. L'exposant de la contrainte qu'on peut obtenir directement à partir des droites d'Arrhénius est $m = 2,8$ très voisin de celui qu'on a trouvé par ailleurs (figure 21).

Dans ces conditions, les mesures qui ont été faites à partir de la vitesse de fluage sont pleinement justifiées.

Il faut noter que l'énergie d'activation qu'on obtient pour la vitesse de montée est supérieure à celle de l'autodiffusion ($1,43 \pm 0,06$ eV) tandis que l'exposant de la contrainte est supérieur à l'unité. Ces points seront discutés au paragraphe 4-1.

3-4 - Observation en microscopie électronique de lames parallèles au plan de base

Lorsqu'on désire observer les dislocations $\vec{c}$ dans une lame parallèle au plan de base, la condition d'extinction $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0^*$ est automatiquement vérifiée, puisque le vecteur $\vec{g}$ est un vecteur du plan (0001). La dislocation $\vec{c}$ est donc vue en contraste résiduel, lequel dépend du produit mixte $(\vec{g}, \vec{b}, \vec{u})$, où $\vec{u}$ est le vecteur tangent à la ligne de dislocation**. Ce contraste est nul lorsque la ligne de dislocation est parallèle au vecteur $\vec{g}$.

Une discussion de l'aspect du contraste résiduel des dislocations $\vec{c}$ dans le zinc est donnée dans [14]. Sans entrer dans les détails, on doit retenir que le contraste n'est appréciable que lorsqu'on se place exactement dans les conditions de Bragg. On obtient alors une image symétrique autour de la ligne de dislocation, dont la largeur est voisine de la distance d'extinction ξ_g (≈ 1500 Å avec $\vec{g} = [10\bar{1}0]$).

Les dislocations $\vec{c}$ qu'on observe dans les échantillons déformés se présentent sous la forme de lignes très longues et sinueuses. Leur taille n'est apparemment limitée que par la surface de la lame (figure 22). Les interactions élastiques qu'on avait remarquées sur les lames parallèles aux plans prismatiques entre les dislocations $\vec{c}$ et les parois de polygonisation apparaissent nettement, et on trouve assez fréquemment des dislocations $\vec{c}$ parallèles entre elles à de faibles distances les unes des autres (figure 23).

* $\vec{g}$ est le vecteur du réseau réciproque normal aux plans réflecteurs.

** La condition d'extinction pour une dislocation est $\vec{g} \cdot \vec{R} = 0$ où $\vec{R}$ est le vecteur déplacement du réseau dû à la dislocation. En un point repéré par les coordonnées polaires r, θ , ce vecteur déplacement s'écrit [14]

$$\vec{R} = \vec{b} \frac{\theta}{2\pi} + \vec{b}_c \frac{\sin 2\theta}{8\pi(1-\nu)} + (\vec{b} \wedge \vec{u}) \left[\frac{1-2\nu}{4\pi(1-\nu)} \text{Log } r + \frac{\cos 2\theta}{8\pi(1-\nu)} \right]$$

où $\vec{b}_c$ est la composante coin du vecteur de Burgers.

Enfin on a observé une configuration qu'on peut interpréter comme étant une source par montée de dislocations $\bar{c}$ (source de Bardeen-Herring) opérant à partir d'une rangée de précipités (figure 24).

Des sources de Bardeen-Herring ont déjà été observées par de nombreux auteurs [15 à 19] dans des matériaux trempés (Al Mg, Al Ag, Al Cu et Al). Elles sont presque toujours associées à la présence d'un précipité dont on pense généralement que la formation des boucles relaxe les contraintes. Ainsi Eikum et Thomas [17] ont pu observer que les précipités relaxent leurs contraintes concurremment par indentation d'une rangée de boucles prismatiques, ou en donnant lieu à une source par montée. Ce dernier mécanisme semble n'intervenir que lorsque les sursaturations en lacunes sont fortes.

Toutefois le détail du processus n'est pas très clair : Embury et Nicholson [16] supposent l'existence d'une dislocation ancrée à l'interface matrice/précipité, tandis que Westmacott et Barnes [15] suggèrent que les précipités constituent des sites préférentiels pour la précipitation des lacunes en boucles. Boyd et Edington [19] considèrent pour leur part que la taille critique pour la croissance des boucles lacunaires doit être si faible au voisinage des précipités, que la phase de formation du germe est supprimée. Des boucles pourraient donc se former en raison même de l'arrivée de lacunes à l'interface matrice/précipité pendant la trempe.

Dans le cas présent, la germination des dislocations $\bar{c}$ s'explique probablement dans des termes assez semblables. On imagine que les précipités impliqués comme source doivent induire des contraintes importantes suivant l'axe $\bar{c}$. Ces contraintes peuvent être relaxées par la formation de boucles de dislocation $\bar{c}$. On peut d'ailleurs penser également que des dislocations $\bar{c}$ peuvent être formées par indentation sous le seul effet de la contrainte appliquée, si le précipité est plus dur que la matrice.

Les boucles ainsi formées ne peuvent se développer sous l'action de la contrainte σ que si leur taille est suffisante, supérieure à $\frac{\mu b}{\sigma}$. Dans le cas de la source observée ici, $\frac{\mu b}{\sigma} = 0,7 \mu\text{m}$. Ceci est bien l'ordre de grandeur du diamètre des plus petites boucles qu'on peut remarquer sur la figure 24. Toutefois ce calcul est très approximatif dans la mesure où il existe des contraintes importantes au voisinage des précipités.

Si on admet précisément l'existence de ces contraintes, on ne peut d'ailleurs pas totalement exclure que la configuration observée ici résulte d'un blocage des dislocations $\bar{c}$ sur les précipités. Si les dislocations $\bar{c}$ sont repoussées par les précipités, des empilements peuvent être créés au cours du fluage, et les précipités sont contournés par le mécanisme d'Orowan. Il en résulte une configuration où les précipités sont entourés de boucles, dont l'aspect est semblable à celui d'une source.

En pratique, il peut être difficile de distinguer sur un cas précis si un précipité se comporte comme source ou comme obstacle pour les dislocations $\bar{c}$, mais dans la mesure où on a observé une configuration comme celle de la figure 24, on pense qu'il existe certainement des cas où les précipités induisent des contraintes suffisantes pour nucléer des dislocations $\bar{c}$.

Des sources de Bardeen-Herring spirales, constituées cette fois d'un segment de dislocation $\bar{c}$ ancré à ses extrémités, ont été observées récemment dans du magnésium trempé [20] (figures 1 B et 2 B). L'analyse des observations (Annexe B) permet de conclure que certaines de ces sources auraient pu opérer avec les contraintes qu'on a utilisées.

Dans ces conditions il est donc très probable que les dislocations $\bar{c}$ qu'on observe dans nos expériences sont effectivement issues de sources par montée.

Lorsqu'on admet ce point, on verra plus loin (paragraphe 4-4) qu'on peut alors rendre compte de façon satisfaisante de l'augmentation de la densité des dislocations $\bar{c}$ avec la déformation, ainsi que de l'allure de la variation de la vitesse de fluage au cours du temps.

3-5 - Fluage de monocristaux contenant des précipités

La discussion qui précède nous conduit à conclure que les précipités peuvent avoir un rôle important pour la nucléation des dislocations $\bar{c}$. Malheureusement elle est fondée sur une observation unique car les précipités sont extrêmement peu nombreux dans le matériau qu'on a utilisé. En effectuant des essais de fluage sur du magnésium moins pur, on a cherché à rendre leur observation plus fréquente dans le but de préciser leur rôle.

3-5-1 - Matériau utilisé

Les essais ont été effectués sur des monocristaux de magnésium "nucléaire" dont l'analyse est donnée au tableau VI. Les techniques expérimentales sont celles qui ont été décrites précédemment, mais il faut souligner que l'obtention de lames minces observables en microscopie électronique est rendue délicate par la présence des précipités.

Le monocristal brut de fusion en contient en effet une quantité importante*.

On trouve :

- des précipités incohérents qui produisent fréquemment des boucles prismatiques de vecteur de Burgers $\bar{a}$ par indentation (figure 25),
- des précipités cohérents qui se présentent dans les lames parallèles au plan de base sous la forme de bâtonnets allongés dans la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et forment des amas relativement dispersés (distance entre amas de l'ordre de 50 μm). On a pu observer une dislocation $\bar{c}$ au voisinage d'un de ces amas (figure 26).

3-5-2 - Analyse des courbes de fluage

Les courbes de fluage obtenues à partir de ce matériau ont la même allure générale que celles relatives au magnésium "pur".

Les courbes $\dot{\epsilon}(t)$ en revanche diffèrent suivant qu'on fait recuire (2 h à 580°C) ou non l'échantillon avant l'essai. Pour l'échantillon recuit, la variation de la vitesse de fluage au cours du temps est sensiblement identique à celle qu'on observe sur le magnésium pur. Par contre l'échantillon non recuit présente au départ une vitesse de fluage très faible qui augmente rapidement en cours d'essai. La figure 27 illustre ce comportement dans le cas

* La nature des précipités n'a pas été déterminée.

d'échantillons déformés à des températures voisines et à la même contrainte.

Sur les échantillons recuits, on a mesuré l'énergie d'activation de la vitesse de fluage pour une déformation de 5% (figure 28). On trouve une valeur de $1,85 \pm 0,1$ eV identique, aux dispersions expérimentales près, à celle qu'on mesure sur le magnésium pur. En revanche, les valeurs absolues de la vitesse de déformation sont trois fois plus faibles qu'en l'absence de précipités (cf. figure 10).

On n'a pas mesuré l'énergie d'activation dans le cas des échantillons non recuits. En outre on n'a pas déterminé l'influence de la contrainte sur la vitesse de fluage.

3-5-3 - Observation des échantillons déformés, en microscopie électronique

Après une déformation supérieure à 15%, l'aspect présenté par les échantillons, recuits ou non, est sensiblement le même. Alors que les précipités incohérents restent inchangés, les précipités cohérents sont plus gros et répartis plus uniformément dans la matrice. Ils se présentent sous la forme de plaquettes parallèles aux plans $\{10\bar{1}0\}$, dont la taille est d'environ $0,2 \times 1 \mu\text{m}$ dans le plan de base et de $5 \mu\text{m}$ suivant la direction $[0001]$. Leur distance moyenne est de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. Dans ces conditions on a environ 10^9 précipités par cm^3 et la fraction précipitée est de 10^{-3} .

Sur une coupe parallèle à un plan prismatique, les dislocations $\bar{c}$ ont le même aspect que dans le magnésium pur, mais leur densité est plus forte. Elles paraissent bloquées par endroit sur les précipités (figure 29). Dans les lames parallèles au plan de base on observe fréquemment des configurations analogues à celle de la figure 24 (figure 30). A leur sujet, la discussion du paragraphe 3-4 reste entièrement valable.

La densité ρ des dislocations $\bar{c}$ est environ trois fois plus élevée dans les échantillons contenant des précipités, que dans le magnésium pur à la même déformation (tableau VII), mais en raison de la présence des précipités, il est possible que la densité ρ_m des dislocations mobiles soit bien inférieure à ρ . Dans ces conditions les mesures du quotient $\epsilon/\rho b$ qu'on a faites constituent des valeurs par défaut de la vitesse de montée. On trouve (tableau VII) :

- que ce quotient est le même si l'échantillon a subi ou non un recuit (toutes choses égales par ailleurs),
- qu'il varie avec la température avec une énergie d'activation voisine de 1,65 eV (figure 31) (la mesure est très peu précise en raison de la faible étendue du domaine de température utilisé),
- qu'il est inférieur d'un ordre de grandeur à la valeur qu'il a dans le matériau pur, toutes choses égales par ailleurs (cf. figure 18).

3-5-4 - Discussion

En somme, la présence de précipités cohérents a pour effet de diminuer la vitesse de fluage mais augmente la densité des dislocations $\bar{c}$. Cette augmentation est cependant très faible par rapport à celle qu'on pourrait attendre si tous les précipités jouaient le rôle de source de Bardeen-Herring. Il faut donc conclure que ces derniers constituent tout aussi bien des obstacles efficaces pour les dislocations $\bar{c}$, probablement en raison des contraintes

qu'ils induisent. Les précipités incohérents dont le champ de contrainte est certainement moins important n'ont en effet aucune action visible en microscopie électronique, sur les dislocations $\bar{c}$.

CHAPITRE IV

INTERPRETATION DES RESULTATS

On a montré que dans les conditions de température et de contrainte utilisées, la déformation de monocristaux de magnésium sollicités en compression suivant l'axe $\bar{c}$ est due à la montée pure de dislocations de vecteur de Burgers $\bar{c}$.

Les résultats expérimentaux font apparaître deux problèmes essentiels. D'une part la vitesse de montée varie avec la température avec une énergie d'activation supérieure à celle de l'autodiffusion, et avec la contrainte avec un exposant supérieur à l'unité ; d'autre part la vitesse de fluage augmente sans cesse en cours d'essai*.

Dans ce qui suit on examine successivement chacun des deux problèmes. Sauf indication contraire, on ne fera allusion qu'au cas du magnésium "pur".

4-1 - Vitesse de montée

Ce paragraphe est divisé en trois parties, consacrées respectivement au calcul théorique de la vitesse de montée, à la comparaison de ce calcul avec l'expérience, et à une discussion de nos résultats.

4-1-1 - Calcul de la vitesse de montée4-1-1-1 - Relation générale [2]

Dans tout ce qui suit, on considère une dislocation coin pure soumise à une seule force de montée. Pour fixer les idées supposons que cette dislocation est puits de lacunes.

On peut calculer sa vitesse de montée si on connaît :

- a) le nombre de lacunes absorbées par les crans dans l'unité de temps**,
- b) le nombre de lacunes apportées par diffusion, par unité de temps.

Ces deux quantités doivent être égales en régime permanent.

La vitesse d'absorption des lacunes par un cran dépend de la contrainte appliquée et de la concentration en lacunes c au voisinage de la dislocation. Elle est obtenue en écrivant les probabilités pour que le cran saute respectivement par absorption ou par émission d'une lacune. Lorsque les forces sont faibles ($\sigma \Omega \ll kT$, sursaturation de lacunes très inférieure à l'unité), on obtient la vitesse v_j du cran sous la forme d'une loi d'Einstein (voir par

* Il convient de remarquer que le fluage de monocristaux de béryllium et d'alliage béryllium-cuivre sollicités en compression suivant l'axe $\bar{c}$ pose des problèmes identiques [9].

** Pour la clarté de l'exposé, on néglige la contribution des interstitiels à la vitesse de montée. Ceci est justifié dans la plupart des cas, en raison de leur faible concentration d'équilibre.

exemple Friedel [13] p. 112) :

$$(1) \quad v_j = \frac{D}{kT} \left[\frac{\sigma \Omega}{b} + \frac{kT}{b} \left(\frac{c}{c_0} - 1 \right) \right]$$

dans laquelle la force sur le cran apparaît sous la forme d'une différence entre une force mécanique et une force chimique due à la sursaturation $\frac{c}{c_0} - 1$ au voisinage de la dislocation. D est un coefficient de l'ordre du coefficient d'autodiffusion.

L'expression (1) permet d'écrire le nombre Φ_j de lacunes absorbées par unité de longueur de ligne et de temps sous la forme :

$$(2) \quad \Phi_j = \frac{v_j}{bx} = \frac{D}{b^2 x} \left[\frac{\sigma \Omega}{kT} + \left(\frac{c}{c_0} - 1 \right) \right]$$

où x désigne la distance moyenne entre crans.

Le nombre Φ_d de lacunes apportées par diffusion, par unité de longueur de ligne et de temps, dépend quant à lui des conditions aux limites imposées au problème de diffusion. Si on suppose que la concentration de lacunes sur les sources est la concentration d'équilibre c_0 , Φ_d est donné par la relation très générale :

$$(3) \quad \Phi_d = - \frac{D}{b^2 l} \left(\frac{c}{c_0} - 1 \right)$$

où c est la concentration de lacunes autour de la dislocation, et l une longueur dépendant seulement de la géométrie du problème de diffusion*. On peut se faire une idée précise du sens physique du paramètre l en remarquant que le gradient de concentration de lacunes au voisinage de la dislocation n'est autre que $\frac{c_0 - c}{l}$, à un facteur près. Nous discuterons au paragraphe suivant des valeurs à adopter pour l .

Un régime permanent est établi lorsque $\Phi_j = \Phi_d$. En utilisant les relations (2) et (3), on trouve que cette condition est vérifiée lorsque la sursaturation de lacunes autour de la dislocation a pour valeur** :

$$\frac{c}{c_0} - 1 = - \frac{1}{1 + \frac{x}{l}} \frac{\sigma \Omega}{kT}$$

(le signe - traduit le fait que les lacunes sont en sous-saturation).

La vitesse de montée s'écrit alors :

$$(4) \quad v = b^2 \Phi_d = \frac{D}{1 + x} \frac{\sigma \Omega}{kT}$$

* Balluffi et Seidman [22] ont montré en effet que la modification des conditions aux limites due au mouvement de la dislocation avait un effet négligeable sur le flux de lacunes.

** Dans la limite des faibles sursaturations, x ne dépend pas de la sursaturation [23].

Cette relation générale laisse entrevoir deux cas limites importants :

a) $l \gg x$ (concentration de crans importante)

Il vient :

$$\frac{c}{c_0} - 1 \approx - \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

$$v \approx \frac{D}{l} \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

La sursaturation de lacunes est maximum tandis que la force sur les crans est nulle (relation (1)). La vitesse de montée est contrôlée par la diffusion.

b) $l \ll x$ (faible concentration de crans)

$$\frac{c}{c_0} - 1 \approx 0$$

$$v \approx \frac{D}{x} \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

La sursaturation de lacunes est nulle et la force sur les crans est maximum. La vitesse de montée est contrôlée par l'absorption des lacunes sur les crans.

On voit donc que le processus qui contrôle la vitesse de montée peut être déterminé lorsqu'on connaît les valeurs respectives de l et de x . Dans les paragraphes qui suivent, on se propose précisément de calculer ces valeurs.

4-1-1-2 - Valeur de l

Le paramètre l caractérise la géométrie du problème de diffusion. Si on envisage le cas d'une dislocation isolée, on peut considérer que la concentration de lacunes est maintenue égale à c_0 sur la surface d'un cylindre de rayon R ayant la dislocation pour axe. Désignons par Z le libre parcours moyen des lacunes dans le coeur de la dislocation (Z est fonction du coefficient de diffusion des lacunes dans le coeur et de l'énergie de liaison lacune-dislocation). Balluffi [23] a montré que dans ces conditions :

$$(5 a) \quad l = \frac{b}{2\pi} \left[\frac{x}{2Z} \text{Log} \frac{2Z}{b} + \text{Log} \frac{R}{x} \right] \quad \text{si } 2Z \leq x$$

$$(5 b) \quad l = \frac{b}{2\pi} \text{Log} \frac{R}{b} \quad \text{si } 2Z \geq x$$

En pratique R est typiquement de l'ordre de $10^4 b$.

Dans le cas où la diffusion dans le coeur est rapide (Z grand) ou bien lorsque la concentration de crans est grande (x petit), il vient :

$$\frac{1}{x} = \frac{b}{x} \frac{1}{2\pi} \text{Log} \frac{R}{b} \approx \frac{b}{x} = c_j$$

où c_j est la concentration de crans. Il convient de remarquer que ce résultat est relative-

ment indépendant de la valeur adoptée pour R , qui n'intervient que dans un logarithme.

Inversement, lorsque la diffusion dans le coeur est très lente ($Z \approx b$), il reste :

$$\frac{1}{x} \approx 0,05 + c_j (1 + 0,1 \log c_j)$$

Finalement, on peut dire que dans les deux cas, $\frac{1}{x}$ est petit si c_j est petit, et de l'ordre de c_j lorsque $c_j \rightarrow 1$. Ainsi, la vitesse de montée ne peut être contrôlée par la diffusion que lorsque la concentration de crans est de l'ordre de l'unité.

4-1-1-3 - Valeur de x

La valeur de la concentration de crans dépend à la fois de l'énergie U_j d'un cran et de l'angle que fait la dislocation (coin) avec une rangée dense.

Le calcul de U_j est délicat car la théorie de l'élasticité n'est plus applicable dans le cas d'un défaut de cette taille. Des estimations ont toutefois été faites [24 à 27] qui conduisent à une valeur de l'ordre de $0,1 \mu\Omega$, soit environ $0,25 \text{ eV}$ dans le cas du magnésium.

Cela étant, on peut déterminer la concentration de crans sur la dislocation, soit à l'équilibre thermodynamique, en l'absence de force de montée, soit encore lorsque la dislocation monte en régime permanent.

À l'équilibre thermique, la valeur de c_j est donnée par un calcul classique de thermodynamique statistique [28]. Dans le cas d'une dislocation parallèle à une rangée dense, on obtient* :

$$c_j \approx 2 \exp - \frac{U_j}{kT} ,$$

dans la limite où $c_j \ll 1$. Cette condition est généralement vérifiée, même à la température de fusion, si on adopte pour U_j la valeur de $0,1 \mu\Omega^{**}$.

Dans le cas d'une dislocation d'orientation quelconque, faisant un angle α avec une rangée dense, des crans constitutionnels sont en outre géométriquement nécessaires. Leur concentration est de l'ordre de $\sin \alpha$ de sorte qu'on peut s'attendre à ce qu'ils soient plus nombreux que les crans d'origine thermique lorsque $\alpha > 2 \exp - \frac{U_j}{kT}$. Le calcul thermodynamique [28] confirme cette prédiction.

* Toutefois Rybin et Orlov [29] ont obtenu une relation quelque peu différente en considérant les échanges de lacunes entre le cristal et la dislocation, et la migration des lacunes dans le coeur. Dans le cas des faibles concentrations de crans, et en l'absence de sursaturation de lacunes, leur relation (11) s'écrit en effet :

$$c_j \approx 2 \exp - \frac{2 E_f - E_1 + E_m}{k T}$$

où E_f , E_1 et E_m désignent respectivement l'énergie de formation d'une lacune, son énergie de liaison avec la dislocation et son énergie de migration dans le coeur. En pratique, $2 E_f - E_1 + E_m \approx 2 E_f \approx \frac{\mu\Omega}{2}$ soit sensiblement plus que la valeur couramment admise pour U_j .

** On a approximativement $\mu\Omega = 40 k T_f$ où T_f est la température de fusion, de sorte que $c_j \approx 0,1$ à cette température.

Lorsqu'on envisage le cas d'une dislocation soumise à une force de montée, la détermination de c_j est différente. On doit considérer en effet :

- que les crans migrent le long de la dislocation et s'éliminent deux à deux lorsqu'ils rencontrent un cran de signe opposé,
- qu'il peut y avoir germination d'une paire de crans par accumulation de quelques lacunes dans le coeur de la dislocation.

La concentration de crans en régime permanent résulte d'un équilibre entre ces deux processus. Lorsque c_j est faible, on peut considérer que chaque cran est affecté d'une vitesse moyenne et la cinétique d'élimination est du second ordre. Par ailleurs, la cinétique de formation des doubles crans peut être obtenue au moyen de la théorie classique de la germination. Dans le cas d'une dislocation parallèle à une rangée dense, lorsque la sursaturation de lacunes est faible et si $\sigma b^3 \ll U_j$, on trouve [23] :

$$c_j \simeq \exp - \frac{U_j}{kT} ,$$

soit essentiellement la même valeur qu'à l'équilibre thermique.

Dans le cas où la dislocation n'est pas parallèle à une rangée dense, les conclusions établies plus haut restent certainement valables : lorsque $\alpha > \exp - U_j/kT$, la concentration de crans géométriques est prépondérante et la concentration totale dépend donc peu de la température.

Finalement, le problème se pose de déterminer le comportement d'une ligne de dislocation soumise à une force de montée et possédant une courbure. L'évolution précise de la forme de la ligne dépend en dernier ressort des conditions aux limites qui lui sont imposées [23], mais on peut dire qualitativement que, si un régime permanent peut être atteint, la vitesse moyenne de montée est contrôlée par les parties de la ligne qui sont les plus lentes, c'est-à-dire celles qui sont parallèles à une rangée dense.

Une illustration de ce propos est fournie en Annexe B. Lorsqu'on examine l'évolution des sources de Bardeen-Herring spirales créées par trempe dans le magnésium (cf. paragraphe 3-4), on peut constater (figure 2 B) que lorsqu'une partie de la dislocation $\bar{c}$ devient parallèle à une direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ (rangée dense), elle a une vitesse de montée inférieure à celle des autres parties de la boucle. Par suite, sa longueur tend donc à augmenter.

En conclusion, on peut dire que pour des énergies de cran raisonnablement fortes, la concentration de crans est bien inférieure à l'unité. Ainsi, la vitesse de montée est donc bien plutôt contrôlée par la vitesse d'absorption ou d'émission des lacunes sur les crans, que par la diffusion.

4-1-2 - Comparaison avec les résultats expérimentaux

Schématiquement, les résultats du paragraphe précédent peuvent donc se résumer ainsi :

a) si la concentration de crans est grande (≈ 1), la vitesse de montée est contrôlée par la diffusion, et a une valeur de l'ordre de :

$$v = \frac{D}{b} \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

pour une distance entre sources et puits de lacunes de $10^4 b$. L'exposant de la contrainte est $m = 1$, et l'énergie d'activation, celle de l'autodiffusion.

b) si la concentration de crans est faible, la vitesse de montée s'écrit :

$$v = c_j \frac{D}{b} \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

L'exposant de la contrainte est $m = 1$, et l'énergie d'activation est égale à celle de l'autodiffusion augmentée éventuellement de l'énergie de cran, si les crans sont à l'équilibre thermique.

Expérimentalement, toutes les déterminations de l'énergie d'activation du fluage ou de la vitesse de montée qu'on a faites nous ont conduit à des valeurs qui ne sont pas significativement différentes les unes des autres. On a donc procédé à une analyse statistique sur l'ensemble des points expérimentaux*. Celle-ci donne une valeur moyenne de $1,80 \pm 0,03$ eV pour l'énergie d'activation de la vitesse de montée. Une analyse similaire effectuée sur les résultats relatifs à l'effet de la contrainte donne : $m = 2,7 \pm 0,1$.

Dans ces conditions, si on suit les conclusions du paragraphe précédent, on doit admettre que la différence entre l'énergie d'activation mesurée et l'énergie d'activation pour l'autodiffusion ($1,43 \pm 0,06$ eV) résulte de ce que la vitesse de montée n'est pas contrôlée par la diffusion des lacunes, mais par leur élimination sur des crans à l'équilibre thermique, avec une énergie de cran $U_j = (1,80 \pm 0,03) - (1,43 \pm 0,06) = 0,37 \pm 0,1$ eV. Toutefois, cette interprétation ne rend compte ni de l'exposant de la contrainte, ni de l'ordre de grandeur qu'on observe pour la vitesse de montée. Le désaccord apparaît dans le tableau VIII où on a comparé la vitesse mesurée à sa valeur théorique :

$$v = c_j \frac{D}{b} \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

$$\text{avec } c_j = \exp - \frac{(0,37 \pm 0,1) \text{ eV}}{k T}$$

On constate que la vitesse de montée déduite de l'expérience est supérieure d'environ deux ordres de grandeur à la valeur calculée.

Un accord relativement meilleur est obtenu si on compare (tableau VIII) la vitesse mesurée à celle ($\frac{D}{b} \frac{\sigma \Omega}{k T}$) que donne le calcul dans le cas où la montée est contrôlée par la diffusion; mais cet accord n'est pas réellement satisfaisant puisque dans ce cas, la théorie ne permet de rendre compte ni de l'énergie d'activation, ni de l'exposant de la contrainte.

* Pour faire cette analyse on a utilisé le fait que la droite la plus probable selon le critère des moindres carrés passe par le barycentre des points expérimentaux. Dans ces conditions, on a fait une translation des droites d'Arrhénius des figures 11, 12, 13 et 20 parallèlement à elles-mêmes de façon à ramener en un même point le barycentre des points expérimentaux. On a alors pu effectuer une analyse classique sur l'ensemble des points.

Ainsi, aucun des cas envisagés précédemment ne peut expliquer nos résultats.

On pourrait objecter que le désaccord provient d'une mauvaise évaluation de la densité de dislocations mobiles, mais il faudrait admettre que cette densité est au moins cent fois supérieure à celle qu'on mesure, ce qui est difficile à concevoir.

On pourrait objecter également que l'énergie d'activation mesurée n'est qu'une énergie apparente qui contient un terme dû à la variation des constantes élastiques avec la température [30]. Dans ce cas l'énergie de cran et le désaccord observé seraient réduits d'autant. Cette explication est peu réaliste, car les constantes élastiques n'interviennent ni dans la vitesse de montée, ni dans la densité des dislocations $\bar{c}$ qui ne dépend pas de la contrainte appliquée (cf. paragraphe 3-3-3-2).

On pourrait objecter enfin que la vitesse de montée qu'on a mesurée n'est pas celle d'une dislocation placée dans les conditions idéales envisagées pour le calcul théorique. Même si on admet la relation (4), qui est très générale, on doit reconnaître que les valeurs des grandeurs l , x et σ intervenant dans cette relation ont pu être mal évaluées. Ainsi, la valeur du paramètre l permettant de calculer le flux de diffusion peut être modifiée par divers facteurs :

- la géométrie du problème de diffusion,
- l'efficacité des dislocations $\bar{a}$ comme sources de lacunes,
- l'énergie d'interaction lacune-dislocation.

Le flux de lacunes susceptible d'être absorbé par les dislocations $\bar{c}$ peut, lui aussi, être modifié, si on tient compte :

- des crans créés par intersection des dislocations $\bar{c}$ avec les dislocations $\bar{a}$; lesquels viennent s'ajouter aux crans d'origine thermique et géométrique,
- d'une éventuelle dissociation des dislocations $\bar{c}$.

Enfin, la contrainte effective agissant sur les dislocations $\bar{c}$ peut différer sensiblement de la contrainte appliquée si l'amplitude des contraintes internes est grande, et en particulier si les parois de polygonisation constituent un obstacle efficace au mouvement des dislocations $\bar{c}$.

Dans la discussion qui suit, nous allons examiner successivement le rôle de chacun de ces facteurs.

4-1-3 - Discussion

4-1-3-1 - Rôle de la géométrie du problème de diffusion

Faute de pouvoir faire des calculs analytiques lorsqu'on prend une géométrie un peu réaliste, on peut essayer d'évaluer par excès le flux de lacunes transporté par diffusion. Prenons par exemple une géométrie cylindrique avec une distance entre sources et puits de lacunes de $10b$ seulement, et supposons que la diffusion dans le coeur de la dislocation est très grande. La relation (5 b) s'applique, et donne $l \approx 0,4b$, au lieu de $l \approx 1,5b$ lorsque la distance entre sources et puits de lacunes est de 10^4b . On peut donc conclure que la relation approximative $l \approx b$ qu'on a employée est certainement très satis-

faisante, quelle que soit la géométrie utilisée.

4-1-3-2 - Rôle de l'efficacité des dislocations $\bar{a}$

On a supposé pour calculer le flux Φ_d (paragraphe 4-1-1-1) que la concentration de lacunes sur les sources était égale à la concentration d'équilibre. Il n'en est pas ainsi si la concentration de crans sur les dislocations sources est faible. La vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$ pourrait donc être contrôlée par la vitesse d'émission des lacunes sur les dislocations $\bar{a}$.

Un calcul tout à fait analogue à celui du paragraphe 4-1-1-1 permet de calculer la vitesse de montée en tenant compte de la concentration de crans sur les dislocations $\bar{a}$ (Annexe C). Il vient :

$$v = \frac{D}{1 + \frac{\rho_c}{\rho_a} x_a + x_c} \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

où

- l a la même signification que précédemment,
- x_a est la distance entre crans sur les dislocations $\bar{a}$,
- ρ_a est la densité des dislocations $\bar{a}$,
- x_c et ρ_c sont les grandeurs correspondantes relatives aux dislocations $\bar{c}$.

En comparant l'expression ci-dessus à la relation (4), on voit que l est modifié d'un terme correctif $\frac{\rho_c}{\rho_a} x_a$. En pratique $\frac{\rho_c}{\rho_a}$ est toujours inférieur à 0,1, et on peut penser raisonnablement que la concentration de crans sur les dislocations $\bar{a}$ n'est pas très inférieure à la concentration de crans sur les dislocations $\bar{c}$. Dans ces conditions, le terme correctif est petit devant x_c et la relation (4) reste valable. La montée des dislocations $\bar{c}$ n'est donc pas contrôlée par l'émission des lacunes sur les dislocations $\bar{a}$.

4-1-3-3 - Rôle de l'énergie d'interaction lacune-dislocation

Dans tout ce qui précède on a négligé l'énergie d'interaction entre les lacunes et la dislocation. Nix et coll. [31] ont montré que lorsqu'on tient compte de ce paramètre, la valeur de l est abaissée. La valeur exacte de l est difficile à calculer, mais il est certain, pour des raisons physiques évidentes, que l reste toujours positif. Dans ces conditions, la quantité $1 + x$ intervenant au dénominateur dans la relation (4) est toujours comprise entre x et $b + x$, puisque $l \approx b$. Comme x ne saurait être inférieur à b , on ne fait donc pas une erreur importante en négligeant l'énergie d'interaction lacune-dislocation.

4-1-3-4 - Rôle des crans d'intersection

Les crans créés par intersection des dislocations $\bar{c}$ avec les dislocations $\bar{a}$ (densité ρ_a) s'ajoutent aux crans d'origine thermique et géométrique. On pourra les négliger si la vitesse à laquelle ils sont produits

$$\frac{dn}{dt} = \rho_a v$$

par unité de longueur de ligne et de temps est très inférieure à la vitesse de production des

crans thermiques [23] :

$$\frac{dn'}{dt} = \frac{2 v c_j}{b^2}$$

Ceci s'écrit :

$$c_j \gg \frac{1}{2} \rho_a b^2$$

Avec $\rho_a \simeq 10^8 \text{ cm}^{-2}$ et $b^2 \simeq 10^{-15} \text{ cm}^2$, il reste :

$$c_j \gg 5.10^{-8}$$

En pratique, cette condition est vérifiée dès la température ambiante si on adopte une valeur de 0,37 eV pour l'énergie de cran. En ce qui nous concerne, on peut donc négliger la concentration des crans d'intersection.

4-1-3-5 - Dissociation de la dislocation $\bar{c}$

Lorsqu'une dislocation est dissociée dans son plan de glissement, la montée met en jeu des processus complexes qui ne peuvent intervenir qu'à pour des contraintes ou des sursaturations de lacunes très élevées [32]. Le calcul du paragraphe 4-1-1-1 ne s'applique évidemment plus dans de telles circonstances.

Dans le cas des dislocations $\bar{c}$, une dissociation sur les plans prismatiques est toutefois très improbable. Une réaction du type :

$$[0001] \rightarrow \frac{1}{6} [20\bar{2}3] + \frac{1}{6} [\bar{2}023]$$

avec une faute d'empilement sur le plan $(1\bar{2}10)$ a été envisagée par Partridge [33], mais le défaut d'empilement ainsi créé a certainement une énergie prohibitive. Il est en effet irréalisable selon un modèle de sphères dures et distord considérablement le réseau.

En revanche, une dissociation de la dislocation $\bar{c}$ dans son plan de montée (en l'occurrence le plan de base) est possible. Deux réactions peuvent être envisagées [34] :

$$1) \quad [0001] \rightarrow \frac{1}{2} [0001] + \frac{1}{2} [0001]$$

$$2) \quad [0001] \rightarrow \frac{1}{6} [20\bar{2}3] + \frac{1}{6} [\bar{2}023]$$

La première réaction a, semble-t-il, été observée dans le graphite [35,36] et le béryllium [37]. La seconde fait intervenir la faute d'empilement qui correspond aux boucles de trempe observées dans le magnésium [38 à 42]. L'énergie de cette faute d'empilement étant probablement comprise entre 100 et 300 erg/cm² [39 à 43], on peut estimer entre 5 et 15 Å la largeur de dissociation de la dislocation $\bar{c}$ suivant la réaction 2.

Une faible dissociation de la dislocation $\bar{c}$ dans son plan de montée est donc concevable. Ceci ne modifie probablement pas considérablement la vitesse de montée car chacune des dislocations partielles peut monter individuellement de la même manière que

lorsqu'elle borde une boucle de faute, sans qu'il soit nécessaire d'invoquer des processus complexes comme dans le cas où la dissociation se fait dans le plan de glissement. Toutefois, il est possible que pour les petites largeurs de dissociation le mouvement des crans sur chacune des dislocations partielles soit plus ou moins corrélé en raison des interactions entre crans. Le rôle de cet effet sur la vitesse de montée n'a pas été déterminé, mais le problème mériterait une étude approfondie.

4-1-3-6 - Rôle des contraintes internes

On admet généralement [44 à 46] qu'en présence de contraintes internes, les mesures de l'exposant de la contrainte relatif à la vitesse des dislocations sont toujours faites par excès. Lorsque la contrainte appliquée σ est comprise entre une et deux fois l'amplitude σ_0 des contraintes internes, l'écart peut être important. L'exposant de la contrainte est alors lui-même fonction de la contrainte appliquée. En revanche, lorsque $\sigma > 2 \sigma_0$ l'erreur commise est en général négligeable.

Ces conclusions sont relativement indépendantes du modèle adopté. Ainsi, Nix et coll. [46] parviennent à ce résultat en utilisant un modèle développé par Solomon et Nix [45] dont l'hypothèse essentielle consiste à négliger la tension de ligne et à considérer que les dislocations mobiles se présentent sous forme de segments dont les mouvements sont indépendants. Le calcul utilise la distribution statistique de ces segments dans le champ des contraintes internes.

Une approche tout à fait opposée a été utilisée par Frost et Ashby [47] qui déterminent la vitesse moyenne de passage d'une dislocation à travers un réseau d'obstacles ponctuels. Cette fois la contrainte interne est supposée nulle, mais la tension de ligne est prise en compte. Les résultats sont tout à fait comparables à ceux de Nix et coll. [46] à condition de remplacer l'amplitude de la contrainte interne par la contrainte critique $\frac{\mu b}{L}$ où L est la distance entre obstacles.

On montre en Annexe D que l'hypothèse adoptée par Solomon et Nix [45] d'une variation sinusoïdale du champ de contrainte interne n'est pas contraignante : des résultats similaires sont obtenus pour des distributions très variées des contraintes internes. On montre en outre qu'on peut rendre compte qualitativement des résultats de Frost et Ashby [47] avec le modèle de Solomon et Nix, à condition de tenir compte du terme de tension de ligne comme d'une composante de la contrainte interne.

Dans ces conditions, on peut considérer qu'on commet une erreur négligeable lorsqu'on mesure l'influence de la contrainte sur la vitesse des dislocations avec des contraintes appliquées supérieures à $2 \sigma_0$.

Dans le cas présent, la contrainte interne est due aux parois de polygonisation et aux autres dislocations $\bar{c}$. Cette dernière contribution est certainement la plus importante, car les parois n'induisent pas de contraintes à grande distance. (voir paragraphe suivant). Dans ces conditions $\sigma_0 \approx \frac{\mu b}{2\pi} \sqrt{\rho_c} < 10^{-4} \mu$, puisque $\rho_c < 10^8 \text{ cm}^{-2}$. Or les contraintes appliquées sont supérieures à $1,7 \cdot 10^{-4} \mu$ de sorte que l'effet des contraintes internes est certainement négligeable.

4-1-3-7 - Rôle des parois de polygonisation

Les valeurs mesurées pour la vitesse de montée sont grandes. Ainsi, on peut calculer que pendant la durée d'un essai de fluage un segment de dislocation $\bar{c}$ doit parcourir une distance de l'ordre de grandeur des dimensions de l'échantillon (tableau IX). Il doit donc traverser de nombreux sous-joints (la taille du réseau de Frank est voisine de $5 \mu\text{m}$). Comme on observe fréquemment en microscopie électronique des dislocations $\bar{c}$ apparemment bloquées sur des parois de polygonisation (cf. figure 16), on a cherché à déterminer dans quelles conditions ces parois peuvent constituer des obstacles capables de modifier sensiblement la vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$.

Le calcul élastique d'interaction entre une paroi infinie et une dislocation $\bar{c}$ infinie a été abordé en utilisant la géométrie schématisée sur la figure 1 E. On désigne par α l'angle entre les dislocations de la paroi et le plan de base, et par $\theta = \frac{a}{d}$ la désorientation entre les sous-grains adjacents. La paroi est alors complètement définie par la seule connaissance des deux paramètres α et θ .

Le calcul (Annexe E 1) montre que :

- la force de montée $c \sigma_m$ exercée par la paroi sur la dislocation $\bar{c}$ décroît exponentiellement à grande distance. Elle est négligeable pour des distances à la paroi supérieures à d ,
- la force de montée moyenne sur une dislocation parallèle à la paroi est nulle. La paroi se présente pour la dislocation $\bar{c}$ comme une succession de zones alternativement attractives et répulsives,
- les courbes $\sigma_m = C^{\text{te}}$ (quelques exemples sont donnés sur la figure 2 E) peuvent être grossièrement schématisées comme sur la figure 5 E, du moins à courte distance.

Cherchons à déterminer si la paroi peut constituer un obstacle infranchissable, c'est-à-dire si la dislocation $\bar{c}$ peut prendre une position d'équilibre au voisinage de la paroi lorsqu'on applique une force de montée $c \sigma_a$.

Si cette position d'équilibre existe, la dislocation $\bar{c}$ prend la forme schématisée sur la figure 4 E : dans les zones répulsives, elle suit approximativement une courbe $\sigma_m = C^{\text{te}}$ et adopte un rayon de courbure $R (\sigma_m)$. L'équilibre est réalisé lorsque la condition : force appliquée + force due à la tension de ligne = force de répulsion, est vérifiée. Ceci s'écrit :

$$\sigma_a + \frac{\mu b}{2 R (\sigma_m)} = \sigma_m$$

Cette relation est une équation en σ_m qui peut admettre, ou non, des racines, suivant les valeurs de σ_a , α et θ . Si elle n'a pas de racines, l'équilibre est impossible et la dislocation franchit la paroi sans perturbation appréciable, puisque la force moyenne due à la paroi est nulle*.

* On n'a pas tenu compte d'une éventuelle recombinaison des dislocations $\bar{c}$ et $\bar{a}$ au niveau de la paroi. Cette recombinaison produirait en effet des segments de dislocation $(\bar{c} + \bar{a})$ coins, dont on a pu montrer [48] qu'ils sont probablement instables vis-à-vis de la réaction $(\bar{c} + \bar{a}) \rightarrow \bar{c} + \bar{a}$.

Si elle a des racines, deux cas peuvent se présenter :

- a) le passage laissé libre entre les dislocations $\bar{a}$ de la paroi (D sur la figure 4 E) est grand ($D > \frac{\mu b}{\sigma_a}$). La dislocation $\bar{c}$ peut alors contourner les zones où elle est bloquée par le mécanisme d'Orowan.
- b) le passage laissé libre est insuffisant ($D < \frac{\mu b}{\sigma_a}$) et la paroi est infranchissable.

Le calcul (Annexe E 2) montre que les trois cas envisagés sont possibles. Leur condition d'existence se traduit par le diagramme de la figure 7 E qui présente trois domaines :

- dans le domaine I ($\alpha > \alpha_c \approx 15^\circ$), les parois sont franchissables quelle que soit la contrainte appliquée. Ceci traduit le fait que $2 \sigma_m R(\sigma_m) < \mu b$, de sorte que l'équation d'équilibre n'a pas de racines.
- dans le domaine II l'équation d'équilibre a des racines, mais la contrainte est suffisante pour que les zones répulsives soient contournées,
- dans le domaine III les parois sont infranchissables.

Ces conclusions sont en bon accord avec les observations en microscopie électronique, qui montrent que les dislocations $\bar{c}$ peuvent être effectivement bloquées par les parois.

La distribution dans le cristal des angles α des parois, joue évidemment un rôle déterminant sur la vitesse moyenne des dislocations $\bar{c}$. Expérimentalement on a observé des valeurs de α allant de 0 à 90°, mais on n'a pas relevé leur distribution. Dans ces conditions envisageons deux cas extrêmes :

- a) Tous les angles α sont représentés avec une égale probabilité. Surestimons l'effet des parois en supposant que toutes celles pour lesquelles $\alpha < \alpha_c$ sont infranchissables. Leur proportion est $\frac{2 \alpha_c}{\pi} \approx \frac{1}{6}$. La taille du réseau de Frank étant d'environ $10^4 b$, on peut considérer que la dislocation $\bar{c}$ doit se mouvoir entre des obstacles infranchissables de taille $10^4 b$ à une distance moyenne $\Delta \approx 5.10^4 b$ les uns des autres. Dans ces conditions, la contrainte effective à laquelle elle est soumise est

$$\sigma_e \approx \sigma_a - \frac{\mu b}{\Delta} = \sigma_a (1 - 2.10^{-5} \frac{\mu}{\sigma_a})$$

Les contraintes appliquées sont supérieures à $1,5.10^{-4} \mu$ de sorte que la correction est négligeable devant les erreurs expérimentales.

- b) Toutes les parois ont pour angle α_c et pour désorientation θ la valeur maximum mesurée soit 10^{-2} rad. La contrainte σ_c nécessaire pour les franchir est voisine de $4.10^{-3} \mu$ (cf. fig. 7 E), supérieure aux contraintes qu'on a appliquées. Dans ces conditions, toutes les parois sont infranchissables et des empilements de dislocations $\bar{c}$ apparaissent nécessairement. De tels empilements ont parfois été observés en microscopie électronique (cf. figure 16), et rien ne permet d'affirmer qu'ils ne sont pas en grand nombre sous contrainte, à haute température. Le calcul montre que (Annexe E 3) :

- pour une contrainte appliquée inférieure à $3.10^{-4} \mu$, les parois restent infranchissables, même pour la dislocation de tête de l'empilement. Cela résulte de ce que l'em-

pilement ne peut avoir une longueur supérieure à la taille du réseau de Frank : lorsque la contrainte appliquée est faible, il ne contient donc qu'un nombre réduit de dislocations.

- avec les contraintes utilisées en pratique, les parois sont franchissables lorsque des empilements sont formés. Une contrainte efficace peut être estimée, dont la variation avec la contrainte appliquée est identique à celle qu'on déduit des modèles de contraintes internes : l'exposant de la contrainte m , varie très rapidement lorsque la contrainte appliquée passe de 3 à $6 \cdot 10^{-4} \mu$. Au-delà, il reste voisin de l'unité.

Comme le calcul ci-dessus surestime l'effet des contraintes internes, l'exposant m devrait dans la réalité être voisin de l'unité pour des contraintes inférieures à $6 \cdot 10^{-4} \mu$. Un tel comportement n'est pas en accord, même qualitatif, avec les observations, puisqu'on constate expérimentalement que m reste constant et très supérieur à l'unité dans tout le domaine expérimental.

Dans ces conditions, on peut donc penser que l'exposant de la contrainte qu'on a mesuré n'est pas, pour l'essentiel, dû à l'effet des parois de polygonisation, mais est bien caractéristique de la vitesse de montée.

Les valeurs de la vitesse de montée qu'on a mesurées restent donc, pour l'instant, inexplicables.

4-2 - Evolution de la vitesse de fluage au cours du temps

Examinons maintenant dans quelle mesure on peut rendre compte de l'augmentation de la vitesse de fluage au cours du temps.

L'expérience a montré que cette augmentation n'est pas due à une variation de la vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$, mais à un accroissement de leur densité (paragraphe 3-3-3-2). Cet accroissement s'explique bien qualitativement, puisqu'on a pu conclure à l'existence de sources de Bardeen-Herring dans les échantillons déformés. Il reste donc à déterminer si on peut établir un modèle qui rende compte quantitativement des valeurs observées pour la densité des dislocations $\bar{c}$ et pour l'augmentation de la vitesse de fluage.

4-2-1 - Modèle utilisé

Pour ce faire, nous avons utilisé un modèle géométrique simple qui repose sur l'hypothèse essentielle, fortement suggérée par la microscopie électronique, que les dislocations $\bar{c}$ se présentent sous forme de boucles situées dans les plans de base.

Avec cette géométrie, l'augmentation de la densité des dislocations mobiles au cours du temps peut résulter à la fois :

- a) de la croissance de la taille des boucles,
- b) de la multiplication des boucles, si celles-ci sont issues de sources de Bardeen-Herring.

Par ailleurs, on peut s'attendre à une diminution de la densité de dislocations lorsque la taille des boucles devient comparable à celle de l'échantillon, car les boucles disparaissent alors sur les surfaces du cristal. Ce processus n'est pas négligeable dans nos expériences car la taille des boucles devient importante aux fortes déformations. C'est ce que montre le tableau IX, où on a porté la vitesse de montée expérimentale v_e , le

temps τ nécessaire pour atteindre une déformation de 15 %, et la taille $v_e \tau$ correspondante des boucles.

Cela étant, on a calculé la variation de la densité de dislocations $\bar{c}$ en fonction du temps en supposant :

- a) que la taille initiale des boucles est négligeable devant leur taille finale,
- b) que toutes les boucles ont la même vitesse de montée moyenne v , indépendante de leur taille. Ceci revient à négliger le terme de contrainte dû à la courbure, ce qui est tout à fait justifié lorsque les boucles ont une taille supérieure à quelques μm ,
- c) que la probabilité pour que deux sources opèrent sur le même plan de base est très faible. On néglige ainsi les réactions qui pourraient intervenir. Ceci n'est valable que si le nombre de sources mis en jeu est faible : ce point sera justifié a posteriori,
- d) que les boucles ont une forme carrée. On a fait cette hypothèse pour des raisons de commodité de calcul, mais on a envisagé deux cas de figure pour tester l'influence de la forme des boucles sur les prédictions du modèle. On a considéré (figure 1 F) :
 - des boucles dont les côtés sont parallèles aux faces de l'échantillon. Par la suite les grandeurs relatives à ce cas seront repérées par l'indice $\square$,
 - des boucles dont les côtés font un angle de 45° avec les faces de l'échantillon. Les grandeurs relatives à ce cas seront repérées par l'indice $\diamond$.

Le calcul de la densité de dislocations en fonction du temps a été effectué dans deux cas simples. On a supposé :

Modèle 1 : que le nombre de boucles est constant.

Modèle 2 : que les boucles sont produites à vitesse constante par un nombre fixe de sources de Bardeen-Herring.

4-2-2 - Résultats

Dans le cadre des hypothèses précédentes, le calcul de la vitesse de fluage est simple, mais fastidieux (Annexe F). Les résultats peuvent être résumés comme suit :

Modèle 1

Désignons par :

- N le nombre de boucles par unité de volume
- b leur vecteur de Burgers
- v leur vitesse de montée
- a le côté de la section carrée de l'échantillon
- $x = \frac{vt}{a}$ le rapport de la taille des boucles à celle de l'échantillon.

On trouve alors que la vitesse de fluage est donnée par la relation :

$$\dot{\epsilon} = 8 b v N a f(x)$$

où la fonction $f(x)$ dépend de la géométrie des boucles.

Les courbes $f(x)$ correspondant aux deux types de boucles envisagés ici sont données sur la figure 32. On peut remarquer que la forme des boucles influe peu sur les prédictions du modèle.

Expérimentalement, on trouve que les valeurs de x atteintes aux fortes déformations sont de l'ordre de l'unité (tableau IX). Selon le calcul qui précède, on devrait donc observer une diminution importante de la vitesse de fluage en fin d'essai, ce qui est en contradiction avec l'expérience.

Modèle 2

Supposons maintenant que les boucles sont issues de sources de Bardeen-Herring, à raison de N_o sources par unité de volume. Une hypothèse raisonnable consiste à admettre que la vitesse de production des boucles est constante, c'est-à-dire que les boucles issues d'une même source sont équidistantes, à la distance R_o les unes des autres. Dans ces conditions, on trouve que la vitesse de fluage s'écrit (avec les notations précédentes) :

$$(1) \quad \dot{\epsilon} = 8 b v a^2 \frac{N_o}{R_o} g(x)$$

Les courbes représentatives de la fonction $g(x)$ pour les deux types de boucles envisagés ici sont données sur la figure 33. Elles sont pratiquement confondues. A une affinité près sur chacun des axes, ces courbes représentent la variation de la vitesse de fluage avec le temps déduite du présent modèle. On constate qu'on obtient une valeur quasiment constante $\dot{\epsilon}_i^{\infty}$ de la dérivée seconde de la déformation par rapport au temps sur une grande partie de la courbe. Ce point est en bon accord avec l'expérience.

Le calcul prédit toutefois qu'à partir d'une déformation ϵ_c , la vitesse de fluage reste constante, en contradiction avec les observations expérimentales. Ceci est probablement dû à ce qu'on a supposé pour faire le calcul que le côté a de l'échantillon est constant, alors que dans la réalité il augmente au fur et à mesure de la déformation. On peut tenir compte approximativement de cet effet (Annexe F), et on trouve alors que la dérivée seconde de la déformation par rapport au temps prend une valeur positive et quasiment constante $\dot{\epsilon}_f^{\infty}$ pour $\epsilon > \epsilon_c$. Qualitativement, ce dernier point est en bon accord avec l'expérience.

Le calcul ci-dessus permet donc de décrire de façon assez satisfaisante l'évolution de la vitesse de fluage au cours du temps. Quantitativement, on obtient :

- la valeur ϵ_c de la déformation pour laquelle la dérivée seconde passe de $\dot{\epsilon}_i^{\infty}$ à $\dot{\epsilon}_f^{\infty}$:

$$(2) \quad \epsilon_c \approx 0,5 b a^3 \frac{N_o}{R_o}$$

- la densité de dislocations pour cette déformation :

$$(3) \quad \rho_c = a^2 \frac{N_o}{R_o}$$

- la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_c$ pour cette déformation :

$$(4) \quad \dot{\epsilon}_c = b v a^2 \frac{N_o}{R_o}$$

- la valeur de la dérivée seconde $\dot{\epsilon}_i^{\infty}$ au point d'inflexion :

$$(5) \quad \epsilon_i^{\infty} \approx 0,155 b v^2 a \frac{N_o}{R_o}$$

- la valeur de la dérivée seconde ϵ_f^{∞} pour $\epsilon > \epsilon_c$:

$$(6) \quad \epsilon_f^{\infty} \approx \epsilon_c^{\circ 2}$$

4-2-3 - Comparaison avec les résultats expérimentaux

Cela étant, on voit que les relations (1) à (6) permettent de déterminer entièrement la courbe $\epsilon(t)$ dès lors qu'on connaît le rapport $\frac{N_o}{R_o}$. Il y a tout lieu de penser que ce rapport est le même pour tous nos échantillons qui sont issus du même barreau monocristallin. Par ailleurs, les dimensions des échantillons sont sensiblement identiques, bien que leur section soit rarement carrée.

Dans ces conditions, on peut vérifier aisément en intégrant la relation (1) que la déformation ϵ n'est fonction que de x . Le modèle ci-dessus prévoit alors :

a) que la déformation ϵ_c pour laquelle ϵ^{∞} change de valeur est la même pour tous les échantillons (relation (2)). Même conclusion en ce qui concerne la densité de dislocations ρ_c pour cette déformation (relation (3)),

b) que la vitesse de fluage à déformation donnée est proportionnelle à la vitesse de montée (relation (1)),

c) que la densité de dislocations $\rho = \epsilon^{\circ} / b v$ ne dépend que de ϵ (relation (1)),

d) que la valeur de ϵ_i^{∞} est proportionnelle au carré de la vitesse de montée.

Les points a), b) et c) sont en bon accord avec les résultats expérimentaux exposés aux paragraphes 3-3-3-2, 3-3-3-3 et 3-2-1. Expérimentalement, on obtient en moyenne $\epsilon_c = 0,08$ et $\rho_c = 5,0 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ (figure 17).

Pour vérifier le point d) on a porté sur un diagramme d'Arrhénius les valeurs expérimentales de ϵ_i^{∞} . On trouve effectivement que l'énergie d'activation ($3,60 \pm 0,1 \text{ eV}$) et l'exposant de la contrainte ($m = 5,3$) ont des valeurs doubles de celles relatives à la vitesse de montée, dans la limite des erreurs expérimentales (figure 34)*.

Pour achever la comparaison des prédictions du modèle précédent avec l'expérience, on a utilisé la valeur expérimentale de ϵ_c (0,08) pour déterminer $\frac{N_o}{R_o}$ au moyen de (2). Avec $b = 5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$ et $a = 0,6 \text{ cm}$ il vient :

$$\frac{N_o}{R_o} = 1,5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-4}$$

* Cette vérification ne constitue pas véritablement un test pour le modèle proposé, car un modèle plus simple peut être envisagé qui prédise également une relation de proportionnalité entre ϵ^{∞} et v^2 [49].

En pratique, R_o est probablement inférieur à $10 \mu m$ (cette évaluation est suggérée par les observations en microscopie électronique). Dans ces conditions N_o est voisin de 10^4 cm^{-3} . Cette valeur est faible : ceci justifie a posteriori l'hypothèse consistant à négliger la probabilité pour que deux sources opèrent sur le même plan de base (2.10^7 plans/cm), et permet aussi d'expliquer que l'observation des sources en microscopie électronique est relativement rare.

Avec la valeur de $\frac{N_o}{R_o}$ ainsi déterminée, les relations (3), (4) et (5) s'écrivent (C.G.S.) :

$$(7) \quad \rho_c = 5,4.10^6 \text{ cm}^{-2}$$

$$(8) \quad \dot{\epsilon}_c = 0,27 \text{ v}$$

$$(9) \quad \ddot{\epsilon}_1 = 0,7 \text{ v}^2$$

On remarque que la valeur de ρ_c donnée par (7) est très proche de la valeur expérimentale ($5,0.10^6 \text{ cm}^{-2}$).

Les relations (8), (9) et (6) sont également assez bien vérifiées par l'expérience comme en témoigne le tableau X. Pour faire cette vérification on a utilisé les valeurs de la vitesse de montée déterminées expérimentalement.

4-2-4 - Cas du magnésium contenant des précipités

La validité du modèle précédent pour expliquer le comportement du magnésium impur est difficile à justifier dans la mesure où la croissance des boucles est empêchée par la présence de nombreux précipités.

En outre, une comparaison quantitative est rendue difficile puisqu'on ne dispose pas d'une valeur suffisamment précise de la vitesse de montée (cf. paragraphe 3-5-3).

Toutefois, le modèle développé ci-dessus permet de rendre compte de façon satisfaisante de l'allure des courbes $\dot{\epsilon}(t)$ relatives aux échantillons recuits : ces courbes sont en effet très semblables à celles du magnésium pur.

La différence de comportement entre les échantillons recuits, ou non, peut également s'interpréter qualitativement dans le cadre de ce modèle. Quand le matériau a été recuit, on peut penser que la précipitation a eu le temps de s'effectuer complètement avant l'essai de fluage. Dans ces conditions, le nombre de sources de dislocations $\bar{c}$ reste constant pendant l'expérience, et le matériau se comporte comme le magnésium "pur". Dans un échantillon non recuit, il est possible que la précipitation s'achève au cours du fluage. Ceci aurait pour effet d'augmenter continuellement le nombre de sources de dislocations $\bar{c}$, et on conçoit que la vitesse de fluage puisse alors croître très rapidement avec le temps.

CHAPITRE V

CONCLUSION

Nous avons fait des expériences de fluage sur des monocristaux de magnésium en compression suivant l'axe $\bar{c}$, dans un domaine de température allant de 350 à 630°C, avec des contraintes comprises entre 3 et 23 MN/m².

En soumettant ainsi le cristal à une contrainte dirigée suivant l'axe $\bar{c}$, on ne sollicite que le glissement pyramidal de deuxième espèce. Ce dernier étant inopérant dans le magnésium aux températures utilisées, tous les modes de glissement du métal sont donc inhibés.

On a pu faire les observations suivantes :

- 1 - Le cristal se déforme par montée pure de dislocations de vecteur de Burgers $\bar{c}$ situées dans les plans (0001). Ces dislocations montent en absorbant des lacunes fournies par la montée des dislocations de vecteur de Burgers $\bar{a}$.
- 2 - Les dislocations $\bar{c}$ sont très probablement issues pour la plupart de sources de Bardeen-Herring. Quelques dislocations $\bar{c}$ sont toutefois présentes dans le cristal avant déformation.
- 3 - La vitesse de montée v des dislocations $\bar{c}$ varie avec la température T et la contrainte σ suivant une relation du type :

$$v = A \sigma^m \exp - \frac{Q}{k T}$$

où $m = 2,7 \pm 0,1$ et $Q = 1,80 \pm 0,03$ eV.

Dans le domaine de température et de contrainte utilisé, la vitesse de montée varie entre 10^{-2} et $10 \mu\text{m/s}$.

- 4 - Les modèles existants ne permettent pas d'expliquer simultanément les valeurs observées pour l'énergie d'activation, l'exposant de la contrainte et l'ordre de grandeur de la vitesse de montée :

a) si on suppose que la montée est contrôlée par la diffusion des lacunes dans le cristal, l'énergie d'activation devrait être égale à celle de l'autodiffusion ($1,43 \pm 0,06$ eV), et l'exposant de la contrainte égal à l'unité. L'expérience est en désaccord avec ces prédictions. Toutefois, l'ordre de grandeur de la vitesse de montée n'est pas en trop mauvais accord avec celui qui est prévu par le calcul.

b) si on suppose que la montée est contrôlée par la vitesse d'émission ou d'absorption des lacunes par les dislocations, on doit observer une énergie d'activation supérieure à celle

de l'autodiffusion et un exposant de la contrainte égal à l'unité. L'expérience est en accord avec le premier point, mais pas avec le second. Par ailleurs, le calcul prévoit dans ce cas des vitesses de montée de deux ou trois ordres de grandeur inférieures aux vitesses expérimentales.

Dans ces conditions, il faut conclure que les modèles existants sont probablement trop schématiques. Une meilleure évaluation des fréquences d'émission et d'absorption des lacunes par les crans paraît en particulier nécessaire, si on veut pouvoir rendre compte de façon satisfaisante de l'effet de la contrainte sur la vitesse de montée.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] R. LE HAZIF, J. ANTOLIN, J.M. DUPOUY
Suppl. Trans. Jap. Inst. Met. 9 247 (1968)
- [2] J.F. STOHR
Thèse Faculté des Sciences d'Orsay (1972)
- [3] W.P. SHEELY, R.R. NASH
Trans AIME 218 416 (1960)
- [4] H. CONRAD, R. AMSTRONG, H. WIEDERSICH, G. SCHOECK
Phil. Mag. 6 177 (1961)
- [5] P.B. HIRSCH, J.S. LALLY
Phil. Mag. 12 595 (1965)
- [6] J.V. SHARP, J.W. CHRISTIAN
Phys. Stat. Sol. 11 831 (1965)
- [7] P. REGNIER
Thèse Faculté des Sciences d'Orsay (1969), Rapport CEA N° 3868
- [8] L.J. SLUTSKY, C.W. GARLAND
Phys. Rev. 107 972 (1957)
- [9] R. LE HAZIF, G. EDELIN, J.M. DUPOUY
A paraître dans Trans AIME
- [10] J.F. STOHR, J.P. POIRIER
Phil. Mag. 25 1313 (1972)
- [11] G.B. GIBBS
Mem. Sci. Rev. Met. LXII 781 (1965)
- [12] J. COMBRONDE, G. BREBEC
Acta Met. 19 1393 (1971)
- [13] J. FRIEDEL
Dislocations, Pergamon Press Oxford (1964)
- [14] P.B. HIRSCH, A. HOWIE, R.B. NICHOLSON, D.W. PASHLEY, M.J. WHELAN
Electron Microscopy of thin crystals, Butterworths Londres (1965)
- [15] K.H. WESTMACOTT, R.S. BARNES, R.E. SMALLMAN
Phil. Mag. 7 1585 (1962)
- [16] J.D. EMBURY, R.B. NICHOLSON
Acta Met. 11 347 (1963)
- [17] A. EIKUM, G. THOMAS
Acta Met. 12 537 (1964)
- [18] J.W. EDINGTON, D.R. WEST
J. Appl. Phys. 37 3904 (1966)
- [19] J.D. BOYD, J.W. EDINGTON
Phil. Mag. 23 183 (1971)

- [20] G. EDELIN, V. LEVY
A paraître dans Phil. Mag.
- [21] G. EDELIN
Phil. Mag. 23 1547 (1971)
- [22] R.W. BALLUFFI, D.N. SEIDMAN
J. Appl. Phys. 36 2708 (1965)
- [23] R.W. BALLUFFI
Phys. Stat. Sol. 31 443 (1969)
- [24] F. KROUPA, L.M. BROWN
Phil. Mag. 6 1267 (1961)
- [25] J. WALLACE, A.C. NUNES, J.E. DORN
Acta Met. 13 375 (1965), 14 1122 (1966)
- [26] A.D. BRAILSFORD
J. Appl. Phys. 37 2842 (1966)
- [27] A.G. CROCKER, D.J. BACON
Phil. Mag. 15 1155 (1967)
- [28] A.J. ARDELL, H. REISS, W.D. NIX
J. Appl. Phys. 36 1727 (1965)
- [29] V.V. RYBIN, A.N. ORLOV
Fiz Metal Metalloved 28 32 (1969)
- [30] C.R. BARRETT, A.J. ARDELL, O.D. SHERBY
Trans AIME 230 200 (1964)
- [31] W.D. NIX, R. GASCA-NERI, J.P. HIRTH
Phil. Mag. 23 1339 (1971)
- [32] B. ESCAIG
Acta Met. 11 595 (1963)
- [33] P.G. PARTRIDGE
Metall. Rev. 12 169 (1967)
- [34] F.C. FRANK, J.F. NICHOLAS
Phil. Mag. 44 1213 (1953)
- [35] S. AMELINCKX, P. DELAVIGNETTE
Electron Microscopy and Strength of Crystals, Wiley (1962), p.441
- [36] P. DELAVIGNETTE, S. AMELINCKX
J. Nucl. Mat. 5 1 (1962)
- [37] C.W. ANDREWS, S.V. RADCLIFFE
Acta Met. 15 623 (1967)
- [38] J.S. LALLY, P.G. PARTRIDGE
Phil. Mag. 13 9 (1966)
- [39] J.E. HARRIS, B.C. MASTERS
Proc. Roy. Soc. A 292 240 (1966)
- [40] R. HALES, R.E. SMALLMAN, P.S. DOBSON
Proc. Roy. Soc. A 307 71 (1968)
- [41] R. HALES, P.S. DOBSON, R.E. SMALLMAN
Met. Sci. Journal 2 224 (1968)
- [42] J. HILLAIRET, C. MAIRY, J. ESPINASSE, V. LEVY
Acta Met. 18 1285 (1970)
- [43] H.P. LEIGHLY
Phil. Mag. 22 209 (1970)

- [44] J. M. DUPOUY
Phil. Mag. 22 205 (1970)
- [45] A. A. SOLOMON, W. D. NIX
Acta Met. 18 863 (1970)
- [46] W. D. NIX, W. A. COGHLAN, C. R. BARRETT
Mat. Sci. Eng. 4 98 (1970)
- [47] H. J. FROST, M. F. ASHBY
J. Appl. Phys. 42 5273 (1971)
- [48] M. H. YOO
Scripta Met. 2 537 (1968)
- [49] G. EDELIN, R. LE HAZIF, J. M. DUPOUY
Mem. Sci. Rev. Met. 68 43 (1971)
- [50] R. HALES, P. S. DOBSON, R. E. SMALLMAN
Met. Sci. J. 2 224 (1968)
- [51] J. C. M. Li
Electron Microscopy and Strength of Crystals -
G. THOMAS, J. WASHBURN Eds - J. Wiley, New York (1962) p. 713

Manuscrit reçu le 24 octobre 1972

ANNEXE A

Relation entre la densité des dislocations $\bar{c}$ et le nombre de segments par unité de surface

Lorsqu'on observe une lame parallèle à un plan prismatique dont l'épaisseur est t , les dislocations $\bar{c}$ apparaissent sous forme de segments parallèles de longueur λ_i (figure 1 A).

Soit n le nombre de segments observés sur une surface S de la lame et $\rho = \frac{n}{S}$ la densité mesurée.

La densité réelle ρ_r est en fait :

$$\rho_r = \frac{\sum_{i=1}^n l_i}{St}$$

où $l_i = (\lambda_i^2 + t^2)^{1/2}$ est la longueur réelle du segment de dislocation $\bar{c}$, supposé rectiligne. Dans ces conditions :

$$(1 A) \quad \frac{\rho}{\rho_r} = \frac{n t}{\sum_{i=1}^n l_i} = \frac{t}{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\lambda_i^2 + t^2)^{1/2}}$$

Le rapport $\frac{\rho}{\rho_r}$ peut donc être calculé si on connaît l'épaisseur t de la lame et la distribution des longueurs λ des segments observés.

On a déterminé cette distribution en mesurant les longueurs de 257 segments de dislocation au grandissement 8 000. L'histogramme obtenu est donné sur la figure 2 A. Le nombre de dislocations utilisé pour établir cet histogramme est certainement suffisant pour qu'on puisse considérer que ce dernier est bien caractéristique de la répartition des segments de dislocation $\bar{c}$ dans les lames parallèles aux plans prismatiques.

En appliquant la relation (1 A) on peut donc calculer la valeur du rapport $\frac{\rho}{\rho_r}$ en fonction de l'épaisseur t de la lame. Les résultats sont portés sur la courbe de la figure 3 A. On remarque que pour les épaisseurs envisagées ($< 4\,000 \text{ \AA}$) le rapport $\frac{\rho}{\rho_r}$ varie presque linéairement avec t . Ceci provient de ce que la moyenne de λ ($\approx 7\,500 \text{ \AA}$) est grande devant t . Dans ce cas la relation (1 A) se réduit en effet à :

$$\frac{\rho}{\rho_r} \approx \frac{t}{\langle \lambda \rangle}$$

Dans la pratique, on n'a pas tenu compte des zones très épaisses ni des bords de lame pour les mesures de densité, de sorte qu'on a certainement $1\,000 \text{ \AA} \leq t \leq 4\,000 \text{ \AA}$. Cela correspond en moyenne à $\rho \approx \frac{1}{3} \rho_r$.

ANNEXE B

Observation de sources par montée dans du magnésium trempé

Des sources par montée de dislocations $\bar{c}$ ont été observées récemment dans du magnésium trempé contenant 30 ppm d'impuretés [20].

L'échantillon dans lequel ont été effectuées les observations a été trempé à la température de l'hélium liquide depuis 400 °C, puis a été porté à 120 °C pendant 10 min. Après une deuxième trempe à partir de cette dernière température, il a été porté à 270 °C pendant 30 min. *.

Les observations ont été faites sur un microscope Philips EM 300.

La figure 1 B donne deux exemples des configurations observées.

Le cliché A montre des boucles et une source par montée de dislocations $\bar{c}$ dans une lame parallèle au plan (0001) (noter l'aspect caractéristique du contraste résiduel des dislocations $\bar{c}$).

Le cliché B montre deux sources par montée, ancrées respectivement aux points A, B et C,D dans une lame dont le plan fait un angle de 32° avec le plan (0001). Les dislocations qui forment ces sources sont des dislocations $\bar{c}$ observées ici dans des conditions de diffraction à N ondes, avec pour réflecteur principal $[10\bar{1}0]$. Les sources observées ici sont des sources spirales puisqu'on observe (points indiqués par des flèches) que les dislocations se développent sans qu'intervienne la recombinaison qui, dans le processus classique, est à l'origine de la multiplication des boucles.

Les points d'ancrage des segments de dislocation $\bar{c}$ sont probablement de petits précipités. Sur le cliché A, la distance entre les points d'ancrage est voisine de 1 μm . On peut calculer qu'une contrainte de $5 \cdot 10^{-4} \mu = 8,5 \text{ MN/m}^2$ est suffisante pour activer une source de cette taille. Cette source aurait donc pu opérer au cours d'un essai de fluage.

La figure 2 B montre d'autres sources par montée (notées A,B,C,D) observées dans les mêmes conditions que sur le cliché B de la figure 1 B. Le cliché du haut est l'état initial et le cliché du bas a été obtenu après 10 min. de chauffage à 150 °C sur la platine chauffante du microscope. Deux points importants sont ainsi mis en évidence :

1) La taille des boucles a augmenté au cours du recuit. Ce phénomène qui a déjà été observé par d'autres expérimentateurs dans le magnésium et le zinc [50] est probablement dû à ce que l'oxydation du métal produit des lacunes à la surface de la lame.

* Les traitements ont été effectués au C.E.N.G. par Mr. P. Tzanetakis.

2) Certaines parties de la source A et de la source B se sont alignées dans les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ au cours du recuit (segments indiqués par des flèches). Si on reporte sur un même graphique (figure 3 B) les positions initiales et finales de chacune de ces sources, on constate que les segments alignés dans la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ montent moins vite que les autres parties de la source. Ceci est en bon accord avec les conclusions des paragraphes 4-1-1-2 et 4-1-1-3. A la température de l'expérience, la concentration de crans d'origine thermique est en effet très faible, de sorte que les parties de la ligne de dislocation n'ayant pas de crans géométriques (celles qui sont parallèles aux rangées denses $\langle 11\bar{2}0 \rangle$) ont une vitesse de montée négligeable. Elles tendent de ce fait à s'allonger.

ANNEXE C

Rôle des dislocations $\bar{a}$ pour la vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$

On se propose d'examiner dans quelle mesure la vitesse de montée des dislocations $\bar{c}$ est modifiée, si la vitesse de montée des dislocations $\bar{a}$ n'est pas contrôlée par la diffusion.

Utilisons les notations du paragraphe 4-1-1-1, et posons :

$$s = \frac{c}{c_0} - 1$$

$$\delta = \frac{\sigma \Omega}{k T}$$

Les grandeurs relatives aux dislocations $\bar{a}$ et $\bar{c}$ étant distinguées respectivement par des indices a et c, on peut écrire des relations analogues à (2) et (3) :

$$(a) \quad \Phi_j^a = \frac{D}{b^2 x_a} [- s_a]$$

$$(b) \quad \Phi_d^a = \frac{D}{b^2 l_a} [s_a - s_c]$$

$$(c) \quad \Phi_j^c = \frac{D}{b^2 x_c} [\delta + s_c]$$

$$(d) \quad \Phi_d^c = \frac{D}{b^2 l_c} [s_a - s_c]$$

En régime permanent, on doit avoir simultanément :

$$(e) \quad \Phi_j^a = \Phi_d^a$$

$$(f) \quad \Phi_j^c = \Phi_d^c$$

$$(g) \quad \rho_c \Phi_d^c = \rho_a \Phi_d^a$$

Cette dernière relation traduit le fait que toutes les lacunes émises par les dislocations $\bar{a}$ (densité ρ_a) sont absorbées par les dislocations $\bar{c}$ (densité ρ_c).

Enfin, la vitesse de montée de la dislocation $\bar{c}$ s'écrit :

$$(h) \quad v = b^2 \Phi_d^c$$

La résolution du système d'équations(a)...(h) conduit à la relation cherchée :

$$v = \frac{D \delta}{1_c + x_c + \frac{\rho_c}{\rho_a} x_a}$$

ANNEXE D

Rôle des contraintes internes

Un modèle élaboré par Solomon et Nix [45] permet de rendre compte de l'influence des contraintes internes sur la vitesse moyenne des dislocations, lorsqu'on suppose :

- a) que les dislocations mobiles se présentent sous forme de segments indépendants les uns des autres (on ne tient donc pas compte de la tension de ligne),
- b) que la variation spatiale du champ de contraintes internes est sinusoïdale.

On se propose de montrer en premier lieu qu'on peut faire un modèle analogue au précédent sans tenir compte de l'hypothèse b). On montrera ensuite qu'un tel modèle peut rendre compte, au moins qualitativement, de l'effet de la tension de ligne.

Désignons par Γ l'ensemble des dislocations mobiles, et par s l'abscisse curviligne sur Γ . On désigne par :

- σ_a la contrainte appliquée
- σ_i la contrainte interne
- $\sigma^* = \sigma_a + \sigma_i$ la contrainte effective
- σ_e la contrainte efficace, moyenne de σ^* sur Γ^* .

Compte tenu de cette définition et de l'hypothèse a), la vitesse de déformation est proportionnelle à σ_e .

Caractérisons la distribution des contraintes internes par la fonction de distribution $p(\sigma^*)$ des contraintes effectives dans le solide. Ainsi, $p(\sigma^*) d\sigma^*$ représente la fraction du volume du cristal où la contrainte effective est comprise entre σ^* et $\sigma^* + d\sigma^*$. Supposons par ailleurs que les fluctuations spatiales de σ_i ont une longueur d'onde bien inférieure aux dimensions de l'échantillon.

Dans ces conditions, si la forme de Γ était quelconque, entendons sans relation avec σ^* , la distribution des contraintes effectives sur Γ serait $p(\sigma^*)$. Ainsi la longueur de dislocation $ds(\sigma^*)$ sur laquelle la contrainte effective est comprise entre σ^* et $\sigma^* + d\sigma^*$ serait :

$$ds(\sigma^*) \propto p(\sigma^*) d\sigma^*$$

* On envisage ici le cas des dislocations $\bar{c}$, dont la vitesse est proportionnelle à la contrainte. Si on voulait traiter le cas où la vitesse des dislocations est proportionnelle à σ^{*m} , il faudrait définir la contrainte efficace par la relation :

$$\sigma_e^m = \langle \sigma^{*m} \rangle$$

En réalité, la forme de Γ n'est pas quelconque : à un instant donné, la probabilité de trouver un segment de dislocation en un point où la contrainte effective est faible est en effet anormalement grande en raison de la faible vitesse de ce segment en ce point. Plus précisément, si l'hypothèse a) est valable, cette probabilité est inversement proportionnelle à la vitesse de la dislocation, donc à σ^* . C'est dire que :

$$ds(\sigma^*) \propto \frac{p(\sigma^*)}{\sigma^*} d\sigma^*$$

Dans ces conditions, il vient simplement :

$$(1 D) \quad \sigma_e = \frac{\int_{\Gamma} \sigma^* ds(\sigma^*)}{\int_{\Gamma} ds(\sigma^*)} = \frac{1}{\int_{\Gamma} \frac{p(\sigma^*)}{\sigma^*} d\sigma^*}$$

(on a supposé que la distribution $p(\sigma^*)$ est normée).

Cette relation générale permet d'évaluer σ_e lorsqu'on se donne $p(\sigma^*)$. A titre d'exemple, on a considéré trois distributions possibles, numérotées 1 à 3 et schématisées sur la figure 1 D :

1 - Le cristal est composé par moitié de régions où $\sigma^* = \sigma_a - \sigma_o$ et $\sigma_a + \sigma_o$ (σ_o est l'amplitude des contraintes internes).

2 - Les contraintes effectives sont comprises entre $\sigma_a - \sigma_o$ et $\sigma_a + \sigma_o$ avec une égale probabilité.

3 - La répartition des contraintes effectives est $p(\sigma^*) = \frac{1}{\pi \sqrt{\sigma_o^2 - (\sigma^* - \sigma_a)^2}}$.

C'est le cas notamment où σ^* varie sinusoïdalement dans le cristal.

La relation (1 D) donne respectivement dans chacun des cas :

$$1) \quad \frac{\sigma_e}{\sigma_a} = 1 - \left(\frac{\sigma_o}{\sigma_a} \right)^2$$

$$(2 D) \quad 2) \quad \frac{\sigma_e}{\sigma_a} = \frac{2(\sigma_o / \sigma_a)}{\text{Log} \frac{1 + (\sigma_o / \sigma_a)}{1 - (\sigma_o / \sigma_a)}}$$

$$3) \quad \frac{\sigma_e}{\sigma_a} = \sqrt{1 - \left(\frac{\sigma_o}{\sigma_a} \right)^2} \quad (\text{on peut s'assurer que cette dernière relation est bien équivalente à la relation (12) donnée par Solomon et Nix [45]).}$$

A titre de comparaison, on a porté les courbes représentatives des relations (2 D) sur un même graphique donnant $\frac{\sigma_e}{\sigma_a}$ en fonction de $\frac{\sigma_o}{\sigma_a}$ (figure 2 D). On a également porté sur ce graphique la droite représentative de la relation $\sigma_e = \sigma_a - \sigma_o$. On peut remarquer que l'effet des contraintes internes est certainement surestimé lorsqu'on utilise cette relation. En outre, on note que lorsque $\sigma_a > 2\sigma_o$, la contrainte efficace déduite du modèle précédent est supérieure à $0,75\sigma_a$. On est donc justifié de négliger l'influence des contraintes internes dans ce domaine de contrainte.

Examinons pour finir dans quelle mesure on peut rendre compte de l'effet de la

tension de ligne dans le modèle ci-dessus. Considérons à cette fin le cas envisagé par Frost et Ashby [47] du mouvement d'une dislocation dans un réseau carré d'obstacles situés à la distance L les uns des autres. La contrainte interne au sens usuel du terme est supposée nulle, mais au cours de son mouvement, la dislocation est soumise à une contrainte qui varie entre σ_a et $\sigma_a - \frac{\mu b}{L}$. Ceci est équivalent à l'existence d'une contrainte interne. On ignore évidemment la distribution $p(\sigma^*)$ qui la caractérise, mais on obtiendra certainement un ordre de grandeur correct pour la contrainte efficace en supposant que toutes les contraintes comprises entre $\sigma_a - \frac{\mu b}{L}$ et σ_a sont représentées avec une égale probabilité. La relation (1 D) donne alors :

$$\frac{\sigma_e}{\sigma_a} = \frac{\sigma_o / \sigma_a}{\text{Log} \frac{1}{1 - (\sigma_o / \sigma_a)}} \quad \text{où} \quad \sigma_o = \frac{\mu b}{L}$$

La courbe représentative de cette relation est donnée sur la figure 3 D. A titre de comparaison, on a porté sur le même graphique les valeurs déterminées par Frost et Ashby [47] grâce à un calcul exact sur ordinateur. L'accord entre les deux courbes n'est pas mauvais compte tenu de la grossièreté de notre modèle.

ANNEXE E

Trois parties composent cette annexe. La première est consacrée au calcul de la force exercée par une paroi de dislocations $\bar{a}$ sur une dislocation $\bar{c}$. Dans la seconde, on examine dans quelle mesure la paroi peut constituer un obstacle infranchissable pour la dislocation $\bar{c}$. Dans la troisième enfin, on détermine quel peut être l'effet des sous-joints sur l'exposant de la contrainte de la vitesse de fluage.

ANNEXE E 1

Interaction élastique entre une dislocation $\bar{c}$ et une paroi de flexion

On considère une dislocation $\bar{c}$ rectiligne infinie, de vecteur tangent unitaire $\vec{L}$ (L_x, L_y, L_z), et une paroi infinie de dislocations $\bar{a}$ coin (figure 1 E). On désigne par :

- α l'angle que font les dislocations de la paroi avec le plan de base,
- d la distance entre les dislocations de la paroi,
- $d' = d/\sin\alpha$ la distance $00'$,
- $\theta = \alpha/d$ la désorientation entre les sous-grains adjacents.

Considérons un point $M(x, y, z)$ sur la dislocation $\bar{c}$, et posons :

$$X = \frac{x}{d} ; Y = \frac{y}{d} ; Z = \frac{z}{d}$$

En prenant $\mu\theta/2(1-\nu)$ comme unité, les composantes en M du tenseur des contraintes dû à la paroi, s'expriment par les relations [51] :

$$\begin{aligned} \sigma_{xx} &= - \frac{\sin 2\pi Y}{D^2} (D + 2\pi X \operatorname{Sh} 2\pi X) \\ \sigma_{yy} &= - \frac{\sin 2\pi Y}{D^2} (D - 2\pi X \operatorname{Sh} 2\pi X) \\ (1 E) \quad \sigma_{zz} &= - \frac{2\nu \sin 2\pi Y}{D} \\ \sigma_{xy} &= 2\pi X \frac{\cos 2\pi Y \operatorname{Ch} 2\pi X - 1}{D^2} \\ \sigma_{xz} &= \sigma_{yz} = 0 \end{aligned}$$

avec $D = \operatorname{Ch} 2\pi X - \cos 2\pi Y$

Le vecteur de Burgers $\vec{b}$ de la dislocation $\bar{c}$ est à la fois perpendiculaire à $\vec{L}$ et

à Ox, et il a pour module c. Ses composantes sont donc de la forme :

$$(2 E) \quad \begin{cases} b_x = 0 \\ b_y = \lambda L_z \\ b_z = -\lambda L_y \end{cases}$$

avec $\lambda^2 = \frac{c^2}{L_y^2 + L_z^2} \quad (L_y, L_z \neq 0)$

En utilisant la formule de Peach-Koehler, on peut déterminer la force $\vec{F}$ qui s'exerce par unité de longueur sur la dislocation $\vec{c}$ au point M :

$$\vec{F} = \begin{pmatrix} \lambda (L_z^2 \sigma_{yy} + L_y^2 \sigma_{zz}) \\ -\lambda (L_z^2 \sigma_{xy} + L_x L_y \sigma_{zz}) \\ \lambda (L_y L_z \sigma_{xy} - L_x L_z \sigma_{yy}) \end{pmatrix}$$

La projection $\vec{F}_m$ de cette force dans le plan de montée de la dislocation $\vec{c}$ a pour module :

$$F_m = \vec{F} \cdot \left[\frac{\vec{b}}{c} \wedge \vec{L} \right]$$

Si on définit la contrainte σ_m dans le plan de montée par la relation :

$$F_m = c \sigma_m,$$

on trouve tous calculs faits :

$$(3 E) \quad \sigma_m = \frac{L_z^2 \sigma_{yy} + L_y^2 \sigma_{zz}}{L_y^2 + L_z^2}$$

Or on a (figure 1 E) :

$$\begin{aligned} L_x &= \sin \beta \\ L_y &= \cos \beta \sin \alpha \\ L_z &= \cos \beta \cos \alpha \end{aligned}$$

Dans ces conditions, la relation (3 E) s'écrit simplement :

$$(4 E) \quad \sigma_m = \sigma_{yy} \cos^2 \alpha + \sigma_{zz} \sin^2 \alpha$$

Le module de la force de montée est donc indépendant de l'orientation de la dislocation $\vec{c}$ dans le plan de base.

Par la suite, il sera commode de repérer le point M par ses coordonnées x et w dans le plan de base (figure 1 E). On utilisera aussi les coordonnées normées :

$$(5 \text{ E}) \quad \left\{ \begin{array}{l} X = \frac{x}{d} \\ W = \frac{w}{00'} = \frac{MH}{00'} = -Y \end{array} \right.$$

Avec ces notations, les relations (1 E) et (4 E) permettent finalement d'écrire :

$$(6 \text{ E}) \quad \sigma_m = \frac{\mu \theta}{2(1-\nu)} \frac{\sin 2\pi W \cos^2 \alpha}{\text{Ch } 2\pi X - \cos 2\pi W} \left[1 + 2\nu \text{tg}^2 \alpha - \frac{2\pi X \text{Sh } 2\pi X}{\text{Ch } 2\pi X - \cos 2\pi W} \right]$$

Avant d'examiner l'allure des courbes $\sigma_m = C^{\text{te}}$ dans le plan de base, on peut faire plusieurs remarques :

- a) σ_m est une fonction paire en X .
- b) σ_m change de signe lorsqu'on change W en $1 - W$. La paroi se comporte donc pour la dislocation $\bar{c}$ comme une succession de zones attractives et répulsives. En particulier, la moyenne de σ_m est nulle, sur une dislocation parallèle au plan de la paroi.
- c) σ_m décroît comme $e^{-2\pi X}$ lorsque X est grand. En pratique, cette approximation est déjà excellente lorsque $X = 1$.

Les courbes $\sigma_m / \mu \theta = C^{\text{te}}$, pour $\alpha = 30^\circ$ et 90° sont données sur la figure 2 E. Si on désire avoir une idée précise de l'évolution de l'allure de ces courbes en fonction de α , il est utile d'étudier en détail les courbes d'équation $\sigma_m = 0$. Celles-ci se composent :

- des droites d'équation $W = \frac{n}{2}$ (n entier, positif, négatif ou nul) ,
- de la courbe $X(W)$ définie par l'équation :

$$\cos 2\pi W = \text{Ch } 2\pi X - \frac{1}{1 + 2\nu \text{tg}^2 \alpha} \frac{2\pi X \text{Sh } 2\pi X}{2}$$

L'allure de cette courbe dépend des valeurs de α . En particulier, on peut montrer que :

- si $\alpha < \alpha_c = \text{Arc cotg } \sqrt{2\nu}$ ($= 53^\circ 10'$), la courbe passe par les points 0 et 0',
- si $\alpha > \alpha_c$, la courbe est comprise à l'intérieur d'un domaine limité par deux droites parallèles à la paroi. Ce domaine devient de plus en plus étroit et s'éloigne à l'infini lorsque $\alpha \rightarrow \pi/2$. Ce comportement est illustré sur la figure 3 E, où on a tracé les courbes $\sigma_m = 0$ relatives aux cas $\alpha = 0^\circ, 30^\circ$ et 60° .

ANNEXE E 2

Franchissement d'une paroi

Considérons maintenant une dislocation $\bar{c}$, soumise à une force de montée $c\sigma_a$ dirigée vers la paroi, et cherchons à déterminer si elle peut adopter une position d'équilibre au voisinage de cette paroi. Cela est plausible, dans la mesure où il existe toujours des régions du plan où σ_m est supérieur et de signe opposé à σ_a (cf. figure 2 E et relation (6 E)).

Si la dislocation $\bar{c}$ adopte une position d'équilibre, elle prend la forme schématisée sur la figure 4 E. Dans la région où la répulsion due à la paroi l'emporte sur la con-

trainte appliquée, elle suit approximativement une courbe $\sigma_m = C^{te}$, et adopte le rayon de courbure $R(\sigma_m)$ de cette courbe. On aura équilibre si la relation :

$$(7 E) \quad \sigma_a + \frac{\mu c}{2 R(\sigma_m)} = \sigma_m$$

est vérifiée. Celle-ci traduit en effet l'égalité : force appliquée + force due à la tension de ligne = force répulsive exercée par la paroi. Cette relation est en fait une équation en σ_m , qui peut admettre ou non des racines suivant les valeurs des paramètres θ et α qui décrivent la géométrie de la paroi. Ainsi, si cette géométrie est telle que les courbes $\sigma_m = C^{te}$ ont un petit rayon de courbure, tel que $\mu c / 2 R(\sigma_m) > \sigma_m$ quel que soit σ_m , l'équilibre est impossible.

Dans le cas contraire, la dislocation reste bloquée dans les régions où elle est repoussée par la paroi. Elle peut toutefois contourner ces régions par le mécanisme d'Orowan, si la distance D laissée libre (cf. figure 4 E) est suffisamment grande. Ce processus pourra certainement opérer si la condition :

$$(8 E) \quad \frac{\sigma_a}{\mu} \frac{D}{c} > 1$$

est vérifiée.

Finalement, on pourra donc déterminer si la paroi peut constituer, ou non, un obstacle infranchissable pour la dislocation $\bar{c}$, en discutant l'existence des racines de l'équation (7 E) et les conditions dans lesquelles l'inégalité (8 E) est vérifiée.

1) Existence des racines de l'équation d'équilibre

Pour écrire explicitement l'équation (7 E) en fonction des données du problème, on a été contraint de simplifier le champ de contrainte exact de la paroi. Les courbes $\sigma_m = C^{te}$ ont été assimilées à des cercles (dans le plan X, W), comme il est indiqué sur la figure 5 E. Le diamètre de ces cercles a été choisi de telle sorte que le champ de contrainte simplifié coïncide avec le champ de contrainte réel dans le plan de la paroi :

$$\frac{\sigma_m}{\mu \theta} = \frac{1 + (2\nu - 1) \sin^2 \alpha}{2(1 - \nu)} \cotg \pi W$$

(cf. relation (6 E)).

On a donc adopté pour rayon r du cercle $\sigma_m = C^{te}$:

$$(9 E) \quad r = \frac{1}{2\pi} \text{Arc cotg} \left[\frac{2(1 - \nu)}{1 + (2\nu - 1) \sin^2 \alpha} \frac{\sigma_m}{\mu \theta} \right]$$

Dans ces conditions, lorsqu'on utilise les coordonnées non réduites x, w , une courbe $\sigma_m = C^{te}$ du champ de contrainte simplifié est une ellipse (figure 6 E), de demi grand axe (cf. relation (5 E)) :

$$a = O H = \frac{r d}{\sin \alpha}$$

et de demi petit axe :

$$b = H A = r d$$

Le rayon de courbure R le long de cette ellipse, est en moyenne sensiblement égal à celui du cercle O A B (figure 6 E), qui s'écrit :

$$(10 E) \quad R = \frac{d}{2} \frac{1 + \sin^2 \alpha}{\sin^2 \alpha} r$$

En éliminant r entre les relations (9 E) et (10 E), on trouve alors la relation R (σ_m) sous la forme :

$$(11 E) \quad \frac{\sigma_m}{\mu \theta} = \frac{1 + (2\nu - 1) \sin^2 \alpha}{2(1 - \nu)} \cotg \left(4 \pi \frac{R}{d} \frac{\sin^2 \alpha}{1 + \sin^2 \alpha} \right)$$

Pour la suite du calcul, il est commode de considérer la relation (7 E) comme une équation en R, plutôt qu'en σ_m . Cette équation s'écrit immédiatement, grâce à (11 E) :

$$(12 E) \quad \frac{\sigma_a}{\mu \theta} + \frac{c}{a} \frac{1}{\rho} = \frac{1 + (2\nu - 1) \sin^2 \alpha}{2(1 - \nu)} \cotg \left(2 \pi \rho \frac{\sin^2 \alpha}{1 + \sin^2 \alpha} \right)$$

$$\text{où } \rho = \frac{2 R}{d}$$

Comme on l'a souligné plus haut, une condition pour que cette équation ait des racines est que $\mu c / 2 R (\sigma_m) \leq \sigma_m$. Ceci s'écrit :

$$\frac{c}{a} \frac{1}{\rho} \leq \frac{1 + (2\nu - 1) \sin^2 \alpha}{2(1 - \nu)} \cotg \left(2 \pi \rho \frac{\sin^2 \alpha}{1 + \sin^2 \alpha} \right)$$

ou encore :

$$2 \pi \rho \frac{\sin^2 \alpha}{1 + \sin^2 \alpha} \cotg \left(2 \pi \rho \frac{\sin^2 \alpha}{1 + \sin^2 \alpha} \right) \geq \frac{c}{a} \frac{4 \pi (1 - \nu) \sin^2 \alpha}{(1 + \sin^2 \alpha) [1 + (2\nu - 1) \sin^2 \alpha]}$$

Puisque le premier membre de cette inégalité est toujours compris entre -1 et +1, et que le second membre est toujours positif, l'inégalité ci-dessus est une condition sur $\sin^2 \alpha = u$:

$$(2\nu - 1) u^2 + 2 \left[\nu - 2 \pi \frac{c}{a} (1 - \nu) \right] u + 1 \geq 0$$

Cette condition est vérifiée si u est inférieur à la racine positive u_c de l'équation du second degré constituant le premier membre. En pratique :

$$1 - 2\nu \ll 2 \left[2 \pi \frac{c}{a} (1 - \nu) - \nu \right]$$

$$\nu \ll 2 \pi \frac{c}{a} (1 - \nu)$$

de sorte que la condition ci-dessus s'écrit finalement :

$$(13 \text{ E}) \quad \alpha < \alpha_c \approx \left[4 \pi \frac{c}{a} (1 - \nu) \right]^{-1/2} \quad (\text{on a posé } \sin \alpha \approx \alpha).$$

Numériquement, on obtient $\alpha_c \approx 15^\circ$ dans le cas du magnésium ($\frac{c}{a} = 1,623$, $\nu = 0,28$).

Ainsi, si $\alpha > 15^\circ$, la condition d'équilibre (7 E) ne peut pas être vérifiée et la dislocation $\bar{c}$ peut franchir la paroi. Elle le fera sans perturbation appréciable car la force de montée moyenne due à la paroi est nulle.

Si $\alpha < 15^\circ$, il faut examiner si la condition (8 E) est, ou non, vérifiée. Pour cela il faut déterminer les racines de l'équation d'équilibre.

2) Condition pour que la paroi soit franchissable

Lorsque $\alpha < \alpha_c$, l'équation (12 E) a des racines. Comme α est petit, on peut confondre α et $\sin \alpha$ et négliger $\sin^2 \alpha$ devant 1. Dans ces conditions, (12 E) s'écrit :

$$\frac{\sigma_a}{\mu \theta} y + 2 \pi \alpha^2 \frac{c}{a} = \frac{1}{2(1-\nu)} y \cotg y$$

$$\text{où } y = 2 \pi \alpha^2 \rho$$

$$\text{En posant : } y \cotg y \approx 1 - \frac{2y}{\pi}$$

on obtient la solution de cette équation sous la forme :

$$(14 \text{ E}) \quad y = 2 \pi \frac{\frac{\alpha_c^2}{c} - \alpha^2}{\frac{a}{c} \frac{\sigma_a}{\mu \theta} + 4 \alpha_c^2} \quad (\text{on a utilisé (13 E)}).$$

Or la condition (8 E) pour que la paroi soit franchissable peut s'écrire :

$$(15 \text{ E}) \quad \frac{a}{c} \frac{\sigma_a}{\mu \theta} \frac{D}{d} > 1$$

Si α est petit, la figure 6 E montre que :

$$(16 \text{ E}) \quad D = 00' - 20H \approx \frac{d}{\alpha} (1 - 2r)$$

tandis que la relation (10 E) s'écrit :

$$(17 \text{ E}) \quad r \approx \frac{2R}{d} \alpha^2 = \rho \alpha^2$$

En reportant les relations (16 E), (17 E) et (14 E) dans (15 E), et en posant $\frac{a}{c} \frac{\sigma_a}{\mu \theta} = m$, on obtient finalement la condition :

$$m^2 + (2 \alpha_c^2 + 2 \alpha^2 - \alpha) m - 4 \alpha \alpha_c^2 > 0$$

Cette inégalité n'est vérifiée que si m est supérieur à la racine positive $m_c = m_c(\alpha)$ de l'équation du second degré du premier membre. Cette condition est traduite graphiquement sur la figure 7 E, sur laquelle la courbe $m_c(\alpha)$ et la droite $\alpha = \alpha_c$ séparent le plan en trois domaines :

- Domaine I : $\alpha > \alpha_c$. Dans ce domaine, l'équation d'équilibre n'a pas de racines. La paroi est franchissable quel que soit σ_a .
- Domaine II : $\alpha < \alpha_c$, $m > m_c$. La dislocation est bloquée par endroits, mais elle peut contourner les points d'ancrage.
- Domaine III : $\alpha < \alpha_c$, $m < m_c$. La paroi est infranchissable.

ANNEXE E 3

Influence des parois sur l'exposant de la contrainte

On se propose d'examiner maintenant si la présence des parois de polygonisation peut rendre compte de l'exposant de la contrainte observé expérimentalement. On considère ici le cas extrême où toutes les parois sont caractérisées par un angle α égal à α_c , et par une désorientation θ maximum, soit 10^{-2} rad. (cf. paragraphe 3-3-1). C'est dans ces conditions que les parois sont les plus difficiles à franchir, ainsi que l'indique la figure 7 E.

On peut vérifier grâce aux relations (14 E) (16 E) et (17 E), que la condition (15 E) pour que la paroi puisse être franchie s'écrit dans ce cas :

$$\sigma_a > \sigma_m = \frac{c}{a} \alpha_c \theta \mu$$

Numériquement, il vient :

$$\sigma_m \simeq 4.10^{-3} \mu$$

Dans ces conditions, les parois ne peuvent donc pas être franchies dans le domaine de contrainte utilisé expérimentalement ($\sigma_a < 1,4.10^{-3} \mu$).

Une source de dislocations $\bar{c}$ située au milieu d'un sous-grain de taille $2L$ produira donc nécessairement des empilements, comme il est indiqué sur la figure 8 E. Soit n le nombre de dislocations empilées. On sait que la dislocation située en tête de l'empilement est soumise à une contrainte égale à $n\sigma_a$, et que la source est soumise à une contrainte en retour approximativement égale à celle que produirait une dislocation de vecteur de Burgers nb située en tête de l'empilement. La contrainte effective agissant sur la source est donc de l'ordre de :

$$(18 E) \quad \sigma_a - n \frac{\mu b}{2 \pi (1 - \nu) L} = \sigma_a - n \sigma_r$$

Par ailleurs, la contrainte effective sur la dislocation de tête est :

$$(19 E) \quad n \sigma_a - \sigma_m$$

S'il existe une valeur de n telle que la contrainte effective soit nulle sur la source et négative en tête de l'empilement, les dislocations $\bar{c}$ ne peuvent pas franchir les parois.

Grâce aux relations (18 E) et (19 E), on trouve que cela se produit lorsque :

$$(20 E) \quad \sigma_a < \sigma_o = (\sigma_r \sigma_m)^{1/2}$$

Dans le cas présent, avec $L \simeq 10^4 b$, $\sigma_m \simeq 4.10^{-3} \mu$, il vient :

$$(21 E) \quad \left\{ \begin{array}{l} \sigma_r \approx 2.10^{-5} \mu \\ \sigma_o \approx 3.10^{-4} \mu \end{array} \right.$$

Cette dernière contrainte est de l'ordre des contraintes les plus faibles qu'on a employées. Rappelons en effet que le domaine expérimental s'étend approximativement de $1,5$ à $15.10^{-4} \mu$.

Lorsque $\sigma_a > \sigma_o$, la dislocation de tête peut franchir la paroi, et la source peut produire de nouvelles dislocations. Un régime permanent peut s'établir si la vitesse à laquelle la paroi est franchie est égale à la vitesse à laquelle les dislocations sont produites par la source. Cette condition est réalisée lorsque le nombre de dislocations dans l'empilement est tel que la contrainte effective est identique en tête d'empilement, et sur la source. Ceci s'écrit, grâce à (18 E) et (19 E) :

$$\sigma_a - n \sigma_r = n \sigma_a - \sigma_m$$

Il vient :

$$n = \frac{\sigma_a + \sigma_m}{\sigma_a + \sigma_r}$$

Numériquement, on trouve $n \approx 13$ pour $\sigma_a = \sigma_o$ et $n \approx 4$ pour $\sigma_a = 1,5.10^{-3} \mu$.

Avec cette valeur de n , la contrainte effective est alors :

$$\sigma_e = \sigma_a - n \sigma_r$$

$$\sigma_e = \frac{\sigma_a^2 - \sigma_r \sigma_m}{\sigma_a + \sigma_r}$$

En faisant apparaître la contrainte σ_o définie par (20 E) et en remarquant que $\sigma_r \ll \sigma_a$ (cf. relation (21 E)), cette dernière expression s'écrit finalement :

$$\frac{\sigma_e}{\sigma_a} \approx 1 - \left(\frac{\sigma_o}{\sigma_a} \right)^2$$

Cette relation est identique à la relation (2 D1) qui décrit l'influence des contraintes internes dans le premier des modèles simples qu'on a envisagé dans l'Annexe D. Dans ces conditions, on est conduit aux mêmes conclusions que lorsqu'on a examiné l'influence des contraintes internes, à savoir qu'on doit observer un exposant de la contrainte variant très rapidement avec la contrainte lorsque $\sigma_o \leq \sigma_a \leq 2 \sigma_o$, et quasiment constant et égal à l'unité lorsque $\sigma_a > 2 \sigma_o$.

Puisque σ_o est ici de l'ordre des contraintes les plus faibles qu'on a appliquées, on en conclut que ce comportement ne décrit pas les observations expérimentales. On remarque en particulier que, même lorsqu'on suppose que toutes les parois sont infranchissables pour une dislocation isolée, l'exposant de la contrainte doit être voisin de l'unité lorsque $\sigma_a > 2 \sigma_o \approx 6.10^{-4} \mu$.

ANNEXE F

Variation de la vitesse de fluage au cours du tempsI - Modèle 1

On se propose de déterminer la vitesse de fluage qui résulte de la croissance d'un nombre constant de boucles prismatiques de dislocation $\bar{c}$. Les hypothèses utilisées pour le calcul sont celles qui sont énoncées dans le texte. En particulier, on néglige la taille initiale des boucles, de sorte qu'à l'instant t toutes les boucles ont la même taille $\lambda = vt$ (figure 1 F). Par ailleurs, on néglige également la variation de la section de l'échantillon avec la déformation.

1) Relation fondamentale

Considérons un échantillon de hauteur h , de section carrée axa , contenant N boucles par unité de volume.

Prenons le système d'axes de la figure 2 F et désignons par $1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda)$ la longueur d'une boucle centrée en $M(\lambda_1, \lambda_2)$ et de taille λ (figure 1 F). Projetons sur un même plan de base ABCD tous les centres de boucle de l'échantillon (figure 2 F). On obtient une distribution de centres m , qu'il y a tout lieu de considérer comme uniforme, de densité $n = Nh$ par unité de surface. En assimilant cette distribution à une distribution continue, la densité ρ de dislocations dans l'échantillon lorsque les boucles ont la taille λ est :

$$\begin{aligned} \rho(\lambda) &= \frac{1}{a^2 h} \iint_{ABCD} n 1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda) d\lambda_1 d\lambda_2 \\ (1 F) \quad &= \frac{N}{a^2} \iint_{ABCD} 1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda) d\lambda_1 d\lambda_2 \end{aligned}$$

La connaissance de $\rho(\lambda)$ entraîne celle de $\dot{\epsilon}(t)$, par le simple changement de variables $\rho \rightarrow \dot{\epsilon} / bv$; $\lambda \rightarrow vt$.

Cela étant, on voit que la détermination de $\dot{\epsilon}(t)$ nécessite le calcul :

- de la fonction $1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda)$ pour un type de boucle donné
- de l'intégrale (1 F)

Pour des raisons de symétrie, il est clair qu'il n'est pas nécessaire de calculer l'intégrale ci-dessus dans tout le domaine ABCD. Il suffit de déterminer sa valeur L dans le triangle AOH (figure 3 F). On obtient alors :

$$(2 F) \quad \left\{ \begin{array}{l} \rho = \frac{8 NL}{a^2} \\ \text{avec } L = \iint_{AOH} 1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda) d\lambda_1 d\lambda_2 \end{array} \right.$$

2) Cas des boucles dont les côtés sont parallèles aux faces de l'échantillon

Dans le cas envisagé ici, la figure 3 F montre qu'une boucle passe par cinq configurations successives au cours de sa croissance. Les valeurs de λ pour lesquelles la boucle passe d'une configuration à une autre, ainsi que les lois $1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda)$ relatives à chacune de ces configurations s'obtiennent par des considérations géométriques élémentaires. Le tableau ci-dessous rassemble ces données .

Configuration	Conditions d'existence	$1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda)$
a	$0 \leq \lambda < \lambda_1$	8λ
b	$\lambda_1 \leq \lambda < \lambda_2$	$4 \lambda + 2 \lambda_1$
c	$\lambda_2 \leq \lambda < a - \lambda_2$	$2 \lambda + \lambda_1 + \lambda_2$
d	$a - \lambda_2 \leq \lambda < a - \lambda_1$	a
e	$a - \lambda_1 \leq \lambda$	0

A un instant donné, toutes les boucles n'ont pas la même configuration. Par exemple, une boucle située près du centre de l'échantillon restera plus longtemps dans la configuration a qu'une boucle située près d'un bord. Les conditions d'existence écrites dans le tableau ci-dessus permettent de déterminer comment se répartissent les différents types de boucles à un instant donné. Ceci est illustré sur la figure 4 F où on a porté les droites correspondant aux limites d'existence de chacune des configurations. Suivant la position de ces droites par rapport au triangle AOH, deux cas de figure sont ainsi mis en évidence, qui correspondent à des répartitions topologiques différentes des domaines relatifs aux divers types de boucles.

Pour calculer l'intégrale L, il faut déterminer séparément les contributions L_α de chacun de ces domaines, où la loi $1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda)$ est différente ; puis sommer toutes ces contributions.

Les résultats de ces calculs sont portés dans le tableau suivant :

Cas	$0 \leq \lambda \leq a/2$	$a/2 \leq \lambda \leq a$
configuration	L_α	L_α
a	$4\lambda^3 - 4a\lambda^2 + a^2\lambda$	_____
b	$-5\lambda^3 + \frac{5}{2}a\lambda^2$	_____
c	$\frac{3}{2}\lambda^3$	$\frac{1}{2}\lambda^3 - \frac{1}{2}a\lambda^2 - \frac{1}{2}a^2\lambda + \frac{1}{2}a^3$
d	_____	$-a\lambda^2 + \frac{3}{2}a^2\lambda - \frac{1}{2}a^3$
e	_____	O
$L = \Sigma L_\alpha$	$\frac{1}{2}\lambda^3 - \frac{3}{2}a\lambda^2 + a^2\lambda$	$\frac{1}{2}\lambda^3 - \frac{3}{2}a\lambda^2 + a^2\lambda$

On voit que L est donné par la même expression, quelle que soit la valeur de

$\lambda \leq a$:

$$L = \frac{1}{2}\lambda^3 - \frac{3}{2}a\lambda^2 + a^2\lambda$$

Pour $\lambda \geq a$, toutes les boucles sont sorties de l'échantillon de sorte que $L = O$.

Posons :

$$x = \frac{\lambda}{a} = \frac{vt}{a}$$

La relation $\dot{\epsilon} = \rho b v$ où ρ est donné par (2 F) permet alors d'écrire la vitesse de déformation de l'échantillon sous la forme :

$$(3 F) \quad \dot{\epsilon} = 8 b v N a f(x)$$

$$\text{avec } \left\{ \begin{array}{ll} f(x) = f_{\square}(x) = \frac{1}{2}x^3 - \frac{3}{2}x^2 + x & 0 \leq x \leq 1 \\ f_{\square}(x) = 0 & 1 \leq x \end{array} \right.$$

La courbe représentative de la fonction $f_{\square}(x)$ est donnée sur la figure 32. Elle passe par un maximum égal à $\frac{\sqrt{3}}{9}$ pour $x = 1 - \frac{\sqrt{3}}{3}$.

3) Cas des boucles à 45°

Un calcul analogue au précédent permet de traiter le cas des boucles dont les côtés font un angle de 45° avec les faces de l'échantillon. Ce calcul est toutefois sensiblement plus long que le précédent, pour les raisons suivantes :

- une boucle passe par 9 étapes successives, au lieu de 5, au cours de sa croissance. Par la suite ces étapes sont notées par les lettres a, b...i,

- la succession de ces étapes n'est pas la même pour toutes les boucles. Elle dépend de la position du centre de la boucle dans le triangle AOH. Cinq domaines (notés I à V) doivent ainsi être distingués. Ceci est illustré sur les figures 5 F et 6 F où on a porté respectivement ces cinq domaines, et les stades de croissance des boucles ayant leur centre dans chacun de ces domaines.

Les limites des domaines et les lois de croissance 1 ($\lambda_1, \lambda_2, \lambda$) peuvent être

obtenues à partir de considérations géométriques élémentaires. Elles sont résumées dans les tableaux ci-dessous.

Domaine I

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_1 + 2 \lambda_2 < a \\ 2 \lambda_1 - \lambda_2 < 0 \end{array} \right.$$

configuration	λ	conditions d'existence	$1(\lambda_1, \lambda_2, \lambda)$
I a		$0 \leq \lambda \sqrt{2} < \lambda_1$	8λ
I b		$\lambda_1 \leq \lambda \sqrt{2} < \lambda_2$	$4 \lambda + 2 \lambda_1 \sqrt{2}$
I c		$\lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < \lambda_1 + \lambda_2$	$2(\lambda_1 + \lambda_2) \sqrt{2}$
I d		$\lambda_1 + \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_2$	$2 \lambda + (\lambda_1 + \lambda_2) \sqrt{2}$
I e		$a - \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a + \lambda_1 - \lambda_2$	$-2 \lambda + (2 a + \lambda_1 - \lambda_2) \sqrt{2}$
I f		$a + \lambda_1 - \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_1$	$a \sqrt{2}$
I g		$a - \lambda_1 \leq \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_1 + \lambda_2$	$-4 \lambda + (3 a - 2 \lambda_1) \sqrt{2}$
I h		$a - \lambda_1 + \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < 2 a - \lambda_1 + \lambda_2$	$-2 \lambda + (2 a - \lambda_1 - \lambda_2) \sqrt{2}$
I i		$2 a - \lambda_1 - \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2}$	0

Domaine II

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_1 + 2 \lambda_2 > a \\ 2 \lambda_1 - \lambda_2 < 0 \end{array} \right.$$

II a	$\equiv$ I a	$\equiv$ I a
II b	$\equiv$ I b	$\equiv$ I b
II c	$\lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_2$	$\equiv$ I c
II d	$a - \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < \lambda_1 + \lambda_2$	$-4 \lambda + 2(a + \lambda_1) \sqrt{2}$
II e	$\lambda_1 + \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a + \lambda_1 - \lambda_2$	$\equiv$ I e
II f	$\equiv$ I f	$\equiv$ I f
II g	$\equiv$ I g	$\equiv$ I g
II h	$\equiv$ I h	$\equiv$ I h
II i	$\equiv$ I i	$\equiv$ I i

Domaine III

$$2 \lambda_1 + \lambda_2 > a$$

III a	$\equiv$ I a	$\equiv$ I a
III b	$\equiv$ I b	$\equiv$ I b
III c	$\equiv$ II c	$\equiv$ I c
III d	$a - \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_1$	$\equiv$ II d

III e	$a - \lambda_1 \leq \lambda \sqrt{2} < \lambda_1 + \lambda_2$	$- 8 \lambda + 4 a \sqrt{2}$
III f	$\equiv \text{II e}$	$- 6 \lambda + (4a - \lambda_1 - \lambda_2) \sqrt{2}$
III g	$a + \lambda_1 - \lambda_2 < \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_1 + \lambda_2$	$\equiv \text{I g}$
III h	$\equiv \text{I h}$	$\equiv \text{I h}$
III i	$\equiv \text{I i}$	$\equiv \text{I i}$

Domaine IV

	$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_1 + 2 \lambda_2 > a \\ 2 \lambda_1 + \lambda_2 < a \\ 2 \lambda_1 - \lambda_2 > 0 \end{array} \right.$	
IV a	$\equiv \text{I a}$	$\equiv \text{I a}$
IV b	$\equiv \text{I b}$	$\equiv \text{I b}$
IV c	$\equiv \text{II c}$	$\equiv \text{I c}$
IV d	$\equiv \text{II d}$	$\equiv \text{II d}$
IV e	$\lambda_1 + \lambda_2 \leq \lambda \sqrt{2} < a - \lambda_1$	$\equiv \text{I e}$
IV f	$a - \lambda_1 \leq \lambda \sqrt{2} < a + \lambda_1 - \lambda_2$	$\equiv \text{III f}$
IV g	$\equiv \text{III g}$	$\equiv \text{I g}$
IV h	$\equiv \text{I h}$	$\equiv \text{I h}$
IV i	$\equiv \text{I i}$	$\equiv \text{I i}$

Domaine V

	$\left\{ \begin{array}{l} \lambda_1 + 2 \lambda_2 < a \\ 2 \lambda_1 - \lambda_2 > 0 \end{array} \right.$	
V a,b,c,d,	$\equiv \text{I a,b,c,d,}$	$\equiv \text{I a,b,c,d,}$
V e	$\equiv \text{III d}$	$\equiv \text{I e}$
V f	$\equiv \text{IV f}$	$\equiv \text{III f}$
V g	$\equiv \text{III g}$	$\equiv \text{I g}$
V h	$\equiv \text{I h}$	$\equiv \text{I h}$
V i	$\equiv \text{I i}$	$\equiv \text{I i}$

Cela étant, il reste à déterminer comment se répartissent les divers types de boucles au cours du temps. Dans le cas précédent, on avait été amené à distinguer deux cas suivant les valeurs de λ . Ici, on en distingue quinze. Toutefois, en raison de l'identité des lois de croissance de certains types de boucles (cf. tableau ci-dessus), on est ramené en pratique à 6 cas seulement, comme il est indiqué sur la figure 7 F.

Le tableau ci-dessous donne les contributions des divers types de boucles à la valeur de L , dans chacun de ces cas.

1) $0 \leq \lambda \sqrt{2} \leq a/2$	
Configurations	L_α
I, II, III, IV, V a	$8 \lambda^3 - 4 a \lambda^2 \sqrt{2} + a^2 \lambda$
I, II, III, IV, V b	$-12 \lambda^3 + 3 a \lambda^2 \sqrt{2}$
I, II, III, IV, V c	$\frac{8}{3} \lambda^3$
I, V d	$\frac{5}{3} \lambda^3$
$L = \Sigma L_\alpha$	$\frac{1}{3} \lambda^3 - a \lambda^2 \sqrt{2} + a^2 \lambda$
=====	
2) $a/2 \leq \lambda \sqrt{2} \leq 2a/3$	
Configurations	L_α
I, V d	$-9 \lambda^3 + 4 a \lambda^2 \sqrt{2} - a^3 \frac{\sqrt{2}}{6}$
I, II, III, IV, V c	$6 a \lambda^2 \sqrt{2} - 8 a^2 \lambda + \frac{4 \sqrt{2}}{3} a^3$
II, III, IV d	$\frac{44}{3} \lambda^3 - 20 a \lambda^2 \sqrt{2} + 16 a^2 \lambda - \frac{47 \sqrt{2}}{24} a^3$
I, II, IV, V e	$\frac{8}{3} \lambda^3 - a^2 \lambda + \frac{\sqrt{2}}{6} a^3$
I, II f	$a \lambda^2 \sqrt{2} - a^2 \lambda + \frac{\sqrt{2}}{8} a^3$
III e	$-8 \lambda^3 + 8 a \lambda^2 \sqrt{2} - 5 a^2 \lambda + \frac{\sqrt{2}}{2} a^3$
$L = \Sigma L_\alpha$	$\frac{1}{3} \lambda^3 - a \lambda^2 \sqrt{2} + a^2 \lambda$
=====	
3) $2a/3 \leq \lambda \sqrt{2} \leq 3a/4$	
Configurations	L_α
I, V d	$a \lambda^2 \sqrt{2} - 2 a^2 \lambda + \frac{\sqrt{2}}{2} a^3$
I, II, IV, V e	$\frac{62}{3} \lambda^3 - 30 a \lambda^2 \sqrt{2} + 27 a^2 \lambda - \frac{23 \sqrt{2}}{6} a^3$
II, III, IV d	$-\frac{64}{3} \lambda^3 + 28 a \lambda^2 \sqrt{2} - 24 a^2 \lambda + \frac{27 \sqrt{2}}{8} a^3$
III, IV, V f	$-27 \lambda^3 + 33 a \lambda^2 \sqrt{2} - 26 a^2 \lambda + \frac{10 \sqrt{2}}{3} a^3$
III e	$28 \lambda^3 - 34 a \lambda^2 \sqrt{2} + 27 a^2 \lambda - \frac{7 \sqrt{2}}{2} a^3$
I, II f	$a \lambda^2 \sqrt{2} - a^2 \lambda + \frac{\sqrt{2}}{8} a^3$
$L = \Sigma L_\alpha$	$\frac{1}{3} \lambda^3 - a \lambda^2 \sqrt{2} + a^2 \lambda$

4) $3a/4 \leq \lambda \sqrt{2} \leq a$	
Configurations	L_α
I, V d	$a \lambda^2 \sqrt{2} - 2a^2 \lambda + \frac{\sqrt{2}}{2} a^3$
I, II, IV, V e	$-\frac{2}{3} \lambda^3 + 2a \lambda^2 \sqrt{2} - 3a^2 \lambda + \frac{2\sqrt{2}}{3} a^3$
I, II f	$-3a \lambda^2 \sqrt{2} + 5a^2 \lambda - \sqrt{2} a^3$
I, II, III, IV, V g	$-\frac{32}{3} \lambda^3 + 16a \lambda^2 \sqrt{2} - 15a^2 \lambda + \frac{9\sqrt{2}}{4} a^3$
III, IV, V f	$\frac{47}{3} \lambda^3 - 23a \lambda^2 \sqrt{2} + 22a^2 \lambda - \frac{41\sqrt{2}}{12} a^3$
III e	$-4\lambda^3 + 6a\lambda^2 \sqrt{2} - 6a^2 \lambda + \sqrt{2} a^3$
$L = \sum L_\alpha$	$\frac{1}{3} \lambda^3 - a \lambda^2 \sqrt{2} + a^2 \lambda$
=====	
5) $a \leq \lambda \sqrt{2} \leq 3a/2$	
Configurations	L_α
I, II, III, IV, V g	$-\frac{8}{3} \lambda^3 + 6a \lambda^2 \sqrt{2} - 9a^2 \lambda + \frac{9\sqrt{2}}{4} a^3$
I, II, III, IV, V h	$\frac{7}{3} \lambda^3 - 5a \lambda^2 \sqrt{2} + 7a^2 \lambda - \frac{19\sqrt{2}}{12} a^3$
I, II, III, IV, V i	O
$L = \sum L_\alpha$	$-\frac{1}{3} \lambda^3 + a \lambda^2 \sqrt{2} - 2a^2 \lambda + \frac{2\sqrt{2}}{3} a^3$
=====	
6) $3a/2 \leq \lambda \sqrt{2} \leq 2a$	
Configurations	L_α
I, V h	$-\frac{1}{3} \lambda^3 + a \lambda^2 \sqrt{2} - 2a^2 \lambda + \frac{2\sqrt{2}}{3} a^3$
I, II, III, IV, V i	O
$L = \sum L_\alpha$	$-\frac{1}{3} \lambda^3 + a \lambda^2 \sqrt{2} - 2a^2 \lambda + \frac{2\sqrt{2}}{3} a^3$

Finalement, on voit que les quatre premiers cas ($0 \leq \lambda \sqrt{2} \leq a$) conduisent à la même valeur de L :

$$L = \frac{1}{3} \lambda^3 - a \lambda^2 \sqrt{2} + a^2 \lambda$$

tandis que les deux derniers ($a \leq \lambda \sqrt{2} \leq 2a$) donnent :

$$L = -\frac{1}{3} \lambda^3 + a \lambda^2 \sqrt{2} - 2a^2 \lambda + \frac{2\sqrt{2}}{3} a^3 = \frac{1}{3} (a \sqrt{2} - \lambda)^3$$

Pour $\lambda \sqrt{2} > 2a$ toutes les boucles sont sorties de l'échantillon, de sorte que $L=0$.

Cela étant, les relations (3 F) deviennent :

$$\dot{\epsilon} = 8 b v N a f_{\diamond}(x)$$

$$\begin{aligned} \text{où } f_{\diamond}(x) &= \frac{1}{3} x^3 - x^2 \sqrt{2} + x & 0 \leq x \leq 1 / \sqrt{2} \\ &= \frac{1}{3} (\sqrt{2} - x)^3 & 1 / \sqrt{2} \leq x \leq \sqrt{2} \\ &= 0 & \sqrt{2} \leq x \end{aligned}$$

On peut vérifier que la fonction $f_{\diamond}(x)$ ainsi définie est continue et dérivable dans tout l'intervalle de définition. Elle passe par un maximum égal à $\frac{2 - \sqrt{2}}{3}$ pour $x = \sqrt{2} - 1$ (figure 32).

II - Modèle 2

1) Cas d'un échantillon de taille fixe

Examinons maintenant le cas où les boucles sont produites par un nombre constant N_0 de sources par unité de volume. Une hypothèse raisonnable consiste à admettre que la vitesse de production est constante, c'est-à-dire que les boucles issues d'une même source sont équidistantes, à la distance R_0 les unes des autres.

Négligeons dans un premier temps la variation de la section de l'échantillon en cours d'essai.

Cela étant, le nombre de boucles produites par unité de volume et de temps s'écrit :

$$\dot{N} = N_0 \frac{v}{R_0}$$

A l'instant t , la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ due aux $\dot{N} d\theta$ boucles émises entre les instants θ et $\theta + d\theta$ s'écrit, conformément à (3 F) :

$$d\dot{\epsilon} = 8 b v (\dot{N} d\theta) a f \left[\frac{v(t - \theta)}{a} \right]$$

de sorte que la vitesse de déformation totale de l'échantillon à l'instant t est :

$$\dot{\epsilon} = 8 b v^2 N_0 \frac{a}{R_0} \int_0^t f \left[\frac{v(t - \theta)}{a} \right] d\theta$$

En posant :

$$x = \frac{v t}{a} \quad X = \frac{v(t - \theta)}{a}$$

il vient :

$$(4 F) \quad \dot{\epsilon} = 8 b v a^2 \frac{N_0}{R_0} g(x)$$

$$\text{avec } g(x) = \int_0^x f(X) dX$$

On obtient donc une relation analogue à (3 F) où N est remplacé par $a \frac{N_0}{R_0}$ et $f(x)$ par une primitive.

Par intégration, on obtient la déformation à l'instant t :

$$(5 F) \quad \epsilon = 8 b N_o \frac{a^3}{R_o} \int_0^{\frac{vt}{a}} g(x) dx = 8 b N_o \frac{a^3}{R_o} h\left(\frac{vt}{a}\right)$$

Dans les deux cas envisagés précédemment on a :

$$\begin{aligned} g_{\square}(x) &= \frac{x^2}{2} \left(1 - \frac{x}{2}\right)^2 & 0 \leq x \leq 1 \\ &= \frac{1}{8} & x \geq 1 \\ g_{\diamond}(x) &= \frac{x^2}{12} (x^2 - 4x\sqrt{2} + 6) & 0 \leq x \leq 1/\sqrt{2} \\ &= \frac{1}{8} - \frac{1}{12} (\sqrt{2} - x)^4 & 1/\sqrt{2} \leq x \leq \sqrt{2} \\ &= \frac{1}{8} & \sqrt{2} \leq x \end{aligned}$$

La figure 33 montre les courbes représentatives de $g_{\square}$ et $g_{\diamond}$. Par affinité, on en déduirait les courbes $\epsilon^{\circ}(t)$ correspondantes.

On peut faire plusieurs remarques :

- a) l'influence de la forme des boucles sur les prédictions du modèle est négligeable,
- b) les courbes $g(x)$ présentent un point d'inflexion très étendu. La pente au point d'inflexion est voisine de 0,194,
- c) on atteint un régime permanent lorsque x est grand. Plus précisément, ce régime permanent traduit l'égalité entre la vitesse d'élimination des dislocations en surface, et leur vitesse de production.

Quantitativement, on obtient grâce aux relations (4 F) et (5 F) :

- la valeur de la déformation ϵ_c lorsqu'on atteint le régime permanent :

$$\epsilon_c \approx 0,5 b N_o \frac{a^3}{R_o} \quad (\text{on a utilisé } g_{\square}(x))$$

- la valeur de la densité de dislocations ρ_c pour $\epsilon \geq \epsilon_c$:

$$(6 F) \quad \rho_c = a^2 \frac{N_o}{R_o}$$

- la valeur de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_c$ pour $\epsilon \geq \epsilon_c$:

$$\dot{\epsilon}_c = b a^2 \frac{N_o}{R_o} v$$

- la valeur de la dérivée seconde au point d'inflexion :

$$\ddot{\epsilon}_i = 1,55 b a \frac{N_o}{R_o} v^2$$

2) Variation de la taille de l'échantillon

En réalité, les dimensions de l'échantillon changent progressivement au cours du fluage. L'influence exacte de cette variation n'est pas calculable analytiquement.

On peut toutefois se convaincre qu'elle est peu importante pour $\epsilon < \epsilon_c$. En effet, ϵ_c est petit ($< 10\%$; cf. paragraphe 3-2-1), de sorte que l'effet sur la vitesse de fluage de l'augmentation de la section de l'échantillon est certainement bien inférieur à celui qui provient de l'augmentation de la densité des dislocations.

Il n'en est plus de même lorsque le régime permanent est atteint. Dans ce cas la densité des dislocations résulte d'un équilibre entre leur production et leur élimination en surface. Cet équilibre peut être déplacé par la variation progressive de la section S de l'échantillon : la relation (6 F) montre en effet que ρ_c lui est proportionnel. Si on fait l'hypothèse que l'équilibre entre la production et l'élimination des dislocations est maintenu au cours du temps, cette relation reste valable de sorte que :

$$\frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} = \frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{1}{S} \frac{dS}{dt} = \frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon}$$

$$\text{d'où } \frac{\ddot{\epsilon}}{\epsilon} = \frac{\dot{\epsilon}^2}{\epsilon^2}$$

En pratique, l'expérience montre que pour $10\% \leq \epsilon \leq 25\%$, la vitesse de fluage varie assez peu. Dans ces conditions $\frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon} \simeq \frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon_c}$, de sorte que $\frac{\ddot{\epsilon}}{\epsilon}$ a une valeur quasiment constante :

$$\frac{\ddot{\epsilon}}{\epsilon} \simeq \frac{\dot{\epsilon}_c^2}{\epsilon_c^2}$$

Cette conclusion est en bon accord avec les observations expérimentales (paragraphe 3-2-1).

Tableau I

Analyse chimique semi-quantitative des monocristaux

Elément	Ag	Al	B	Be	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	K	Li	Mn	Ni	Pb	Si	Sn	Ti	V	Zn	Zr
concentration (ppm)	<1	<20	< 2	< 2	<20	< 3	<10	<10	<10	<10	< 30	< 1	48	<20	<10	<20	<10	<10	<10	<50	non décelé

N.B. Le dosage de C, O et Cl nécessite une masse de magnésium très importante et n'a pas pu être effectué.

Tableau II

σ (MN/m ²)	ϵ (%)	θ (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Q (eV)	σ (MN/m ²)	ϵ (%)	θ (°C)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	Q (eV)
5,7	3,2	569	$7,5 \cdot 10^{-5}$	1,56	12	3,0	523	$1,3 \cdot 10^{-4}$	1,30
		508	$1,4 \cdot 10^{-5}$				502	$7,8 \cdot 10^{-5}$	
	8,4	508	$1,9 \cdot 10^{-5}$	2,01		6,0	502	$9,5 \cdot 10^{-5}$	1,22
		403	$1,8 \cdot 10^{-7}$				483	$6,0 \cdot 10^{-5}$	
	10,2	403	$1,8 \cdot 10^{-7}$	2,09		7,0	483	$6,5 \cdot 10^{-5}$	1,50
		468	$4,2 \cdot 10^{-6}$				464	$3,6 \cdot 10^{-5}$	
12	11,2	434	$1,2 \cdot 10^{-5}$	1,82	18	19,7	505	$2,0 \cdot 10^{-4}$	1,72
		405	$3,3 \cdot 10^{-6}$				409	$5,4 \cdot 10^{-6}$	
	13,0	405	$3,3 \cdot 10^{-6}$	1,82		18,0	470	$9,5 \cdot 10^{-5}$	1,64
		412	$4,5 \cdot 10^{-6}$				342	$4,6 \cdot 10^{-7}$	
	2,02	562	$3,9 \cdot 10^{-4}$	1,33		22,7	342	$4,6 \cdot 10^{-7}$	1,65
		528	$1,8 \cdot 10^{-4}$				414	$1,2 \cdot 10^{-5}$	
	4,7	528	$2,6 \cdot 10^{-4}$	1,50		25,8	414	$1,2 \cdot 10^{-5}$	2,09
		473	$5,2 \cdot 10^{-5}$				441	$4,6 \cdot 10^{-5}$	
	9,6	473	$5,2 \cdot 10^{-5}$	1,75					
		499	$1,3 \cdot 10^{-4}$						

Tableau III

σ (MN/m ²)	θ (°C)	$\dot{\epsilon}_{5\%}$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_{15\%}$ (s ⁻¹)	σ (MN/m ²)	θ (°C)	$\dot{\epsilon}_{5\%}$ (s ⁻¹)	$\dot{\epsilon}_{15\%}$ (s ⁻¹)
3,0	523	$5,9 \cdot 10^{-6}$	$7,2 \cdot 10^{-6}$	12	457	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
	546	$6,4 \cdot 10^{-6}$	-		473	$5,2 \cdot 10^{-5}$	-
	576	$2,1 \cdot 10^{-5}$	$2,7 \cdot 10^{-5}$		498	$8,2 \cdot 10^{-5}$	$1,25 \cdot 10^{-4}$
	622	$6,8 \cdot 10^{-5}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$		499	-	$1,45 \cdot 10^{-4}$
5,7	468	-	$4,2 \cdot 10^{-6}$		502	$9,0 \cdot 10^{-5}$	-
	470	$5,6 \cdot 10^{-6}$	$6,7 \cdot 10^{-6}$		504	$1,4 \cdot 10^{-4}$	-
	508	$1,6 \cdot 10^{-5}$	-		505	-	$1,7 \cdot 10^{-4}$
	510	$2,1 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^{-5}$		507	$1,1 \cdot 10^{-4}$	-
	552	$4,4 \cdot 10^{-5}$	$6,7 \cdot 10^{-5}$		528	$2,6 \cdot 10^{-4}$	-
	620	$4,6 \cdot 10^{-4}$	$7,5 \cdot 10^{-4}$		534	$2,6 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-4}$
	636	$6,0 \cdot 10^{-4}$	$9,0 \cdot 10^{-4}$		577	$9,0 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-3}$
12	412	-	$2,55 \cdot 10^{-6}$	18	470	-	$9,6 \cdot 10^{-5}$
	417	$2,7 \cdot 10^{-6}$	-	23	417	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$2,3 \cdot 10^{-5}$
	434	$9,0 \cdot 10^{-6}$	-		535	$9,7 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$

Tableau IV
 $\sigma = 12 \text{ MN/m}^2$

θ (°C)	ϵ (%)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	ρ (cm ⁻²)	$\frac{\dot{\epsilon}}{\rho b}$ (μm/s)
505	2,6	$6,6 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^6$	4,4
507	5,0	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$3,3 \cdot 10^6$	6,4
501	7,8	$1,05 \cdot 10^{-4}$	$5,7 \cdot 10^6$	3,5
502	11,0	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$5,1 \cdot 10^6$	4,9
505	14,7	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$6,1 \cdot 10^6$	5,4
505	19,7	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$5,6 \cdot 10^6$	6,9

Tableau V

σ (MN/m ²)	θ (°C)	ε (%)	$\dot{\varepsilon}$ (s ⁻¹)	ρ (cm ⁻²)	v (μm/s)	
3,0	523	17,8	$8,0 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^6$	$2,2 \cdot 10^{-1}$	
5,7	403	10,2	$1,8 \cdot 10^{-7}$	$6,0 \cdot 10^6$	$5,8 \cdot 10^{-3}$	
	468	15,3	$4,2 \cdot 10^{-6}$	$6,0 \cdot 10^6$	$1,3 \cdot 10^{-1}$	
	508	8,4	$1,9 \cdot 10^{-5}$	$6,1 \cdot 10^6$	$6,0 \cdot 10^{-1}$	
	569	3,2	$7,5 \cdot 10^{-5}$	$3,9 \cdot 10^6$	3,7	
	12	350	19	$2,6 \cdot 10^{-7}$	$8,0 \cdot 10^6$	$6,3 \cdot 10^{-3}$
	364	25	$9,1 \cdot 10^{-7}$	$1,0 \cdot 10^7$	$1,8 \cdot 10^{-2}$	
	409	24,5	$5,4 \cdot 10^{-6}$	$1,3 \cdot 10^7$	$8,0 \cdot 10^{-2}$	
	429	16	$1,0 \cdot 10^{-5}$	$9,0 \cdot 10^6$	$2,1 \cdot 10^{-1}$	
	432	17	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$8,5 \cdot 10^6$	$2,9 \cdot 10^{-1}$	
	450	34,5	$3,6 \cdot 10^{-5}$	$1,7 \cdot 10^7$	$4,1 \cdot 10^{-1}$	
	504	11	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$8,0 \cdot 10^6$	4,1	
	505	2,6	$6,6 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^6$	4,4	
	507	5,0	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$3,3 \cdot 10^6$	6,4	
	501	7,8	$1,05 \cdot 10^{-4}$	$5,7 \cdot 10^6$	3,5	
	502	11	$1,3 \cdot 10^{-4}$	$5,1 \cdot 10^6$	4,9	
	505	14,7	$1,7 \cdot 10^{-4}$	$6,1 \cdot 10^6$	5,4	
18	505	19,7	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$5,6 \cdot 10^6$	6,9	
	342	22,7	$4,6 \cdot 10^{-7}$	$7,9 \cdot 10^6$	$1,1 \cdot 10^{-2}$	
	414	25,8	$1,2 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^7$	$1,9 \cdot 10^{-1}$	
	441	30,0	$4,6 \cdot 10^{-5}$	$9,2 \cdot 10^6$	$9,6 \cdot 10^{-1}$	
	470	18,0	$9,5 \cdot 10^{-5}$	$5,5 \cdot 10^6$	3,3	

Tableau VI

Analyse chimique semi-quantitative des monocristaux de magnésium "nucléaire"

Elément	Concentration (ppm)
Al	< 30
Be	< 1
B	< 10
Ca	< 10
Cd	< 3
Co	< 3
Cr	< 10
Cu	< 10
Fe	< 10
K	< 10
Li	< 1
Mn [*] (%)	1,05
Mo	< 10
Na	< 10
Ni	< 10
Pb	< 10
Si	< 20
Sn	< 10
Ti	< 10
V	< 10
Zn	< 30
Zr	< 30

* Précision relative $\pm 5\%$.

Tableau VII

$$\sigma = 12 \text{ MN/m}^2$$

θ (°C)	ϵ (%)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	ρ (cm ⁻²)	v (μm/s)
437	5,0	$3,6 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^7$	$4,8 \cdot 10^{-2}$
489	26,0	$3,7 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^7$	$2,6 \cdot 10^{-1}$
501	25,0	$4,5 \cdot 10^{-5}$	$3,2 \cdot 10^7$	$2,8 \cdot 10^{-1}$
501 [*]	18,2	$3,4 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^7$	$2,8 \cdot 10^{-1}$
508	27,2	$9,2 \cdot 10^{-5}$	$2,8 \cdot 10^7$	$6,6 \cdot 10^{-1}$

* Echantillon non recuit

Tableau VIII

θ (°C)	σ (MN/m ²)	v_e (μm/s)	$\frac{D}{b} \frac{\sigma \Omega}{k T}$ (μm/s)	v_t (μm/s)
500	18	10	6,6	$6 \cdot 10^{-3}$ <u>$2,5 \cdot 10^{-2}$</u> $1,2 \cdot 10^{-1}$
500	5,7	$4 \cdot 10^{-1}$	2,1	$2 \cdot 10^{-3}$ <u>$8,0 \cdot 10^{-3}$</u> $4 \cdot 10^{-2}$
400	18	$1,7 \cdot 10^{-1}$	$3,1 \cdot 10^{-1}$	$9 \cdot 10^{-5}$ <u>$4,5 \cdot 10^{-4}$</u> $3 \cdot 10^{-3}$
400	5,7	$6,5 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-5}$ <u>$1,5 \cdot 10^{-4}$</u> $1 \cdot 10^{-3}$

Comparaison des valeurs expérimentales (v_e) et théoriques (v_t) de la vitesse de montée. Les trois valeurs données pour v_t correspondent à des énergies de cran respectives de 0,47, 0,37 et 0,27 eV. La valeur soulignée est la plus probable. On a porté également la valeur théorique ($\frac{D}{b} \frac{\sigma \Omega}{k T}$) de la vitesse de montée contrôlée par la diffusion.

Tableau IX

θ (°C)	σ (MN/m ²)	τ (s)	v_e (μm/s)	$v_e \tau$ (mm)	$x = v_e \tau / a^*$
457	12	$9,0 \cdot 10^3$	$8,0 \cdot 10^{-1}$	7,2	1,2
498	12	$1,9 \cdot 10^3$	4,0	7,6	1,3
534	12	$6,4 \cdot 10^2$	$1,4 \cdot 10^1$	9,0	1,5
577	12	$1,8 \cdot 10^2$	$5,0 \cdot 10^1$	9,0	1,5
470	5,7	$2,6 \cdot 10^4$	$1,3 \cdot 10^{-1}$	3,4	0,6
510	5,7	$7,5 \cdot 10^3$	$6,0 \cdot 10^{-1}$	4,5	0,8
552	5,7	$3,5 \cdot 10^3$	2,0	7,0	1,2
636	5,7	$2,5 \cdot 10^2$	$2,4 \cdot 10^1$	6,2	1,0
523	3,0	$2,5 \cdot 10^4$	$2,2 \cdot 10^{-1}$	5,5	0,9

* avec $a = 6$ mm

Tableau X

σ (MN/m ²)	θ (°C)	v (cm/s)	$0,7 v^2$	ϵ_i^∞ (s ⁻²)	$0,27 v$	ϵ_c° (s ⁻¹)	$\epsilon_c^{\circ 2}$ (s ⁻²)	ϵ_f^∞ (s ⁻²)
12	417	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$1,6 \cdot 10^{-10}$	$6,7 \cdot 10^{-11}$	$4,0 \cdot 10^{-6}$	$>3,5 \cdot 10^{-6}$	-	-
12	457	$8,0 \cdot 10^{-5}$	$4,5 \cdot 10^{-9}$	$3,4 \cdot 10^{-9}$	$2,2 \cdot 10^{-5}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$4,0 \cdot 10^{-10}$	$1,3 \cdot 10^{-9}$
12	498	$4,0 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-7}$	$7,6 \cdot 10^{-8}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-8}$	$2,7 \cdot 10^{-8}$
12	534	$1,4 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^{-6}$	$8,5 \cdot 10^{-7}$	$3,8 \cdot 10^{-4}$	$3,3 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-7}$	$3,3 \cdot 10^{-7}$
12	577	$5,0 \cdot 10^{-3}$	$1,7 \cdot 10^{-5}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$>1,8 \cdot 10^{-3}$	-	-
5,7	470	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-10}$	$1,5 \cdot 10^{-10}$	$3,5 \cdot 10^{-6}$	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$3,6 \cdot 10^{-11}$	$<6,2 \cdot 10^{-11}$
5,7	510	$5,2 \cdot 10^{-5}$	$1,9 \cdot 10^{-9}$	$4,8 \cdot 10^{-9}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$	$2,4 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-10}$	$1,4 \cdot 10^{-9}$
5,7	552	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-8}$	$2,4 \cdot 10^{-8}$	$5,4 \cdot 10^{-5}$	$6,0 \cdot 10^{-5}$	$3,6 \cdot 10^{-9}$	$7,0 \cdot 10^{-9}$
5,7	636	$2,4 \cdot 10^{-3}$	$4,0 \cdot 10^{-6}$	$4,4 \cdot 10^{-6}$	$6,5 \cdot 10^{-4}$	$8,0 \cdot 10^{-4}$	$6,4 \cdot 10^{-7}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$
3	523	$2,2 \cdot 10^{-5}$	$3,1 \cdot 10^{-10}$	$3,4 \cdot 10^{-10}$	$5,9 \cdot 10^{-6}$	$5,4 \cdot 10^{-6}$	$3,0 \cdot 10^{-11}$	$<1,1 \cdot 10^{-10}$

LEGENDE DES FIGURES

- Figure 1 : Modes de glissement des métaux hexagonaux
- Figure 2 : Schéma du montage destiné à la fabrication des monocristaux
- Figure 3 : Moule
- Figure 4 : Echantillon
- Figure 5 : Schéma de la machine de fluage :
- 1 - Bras de levier
 - 2 - Piston
 - 3 - Soufflet métallique
 - 4 - Charge
 - 5-6 - Capteurs de déplacement. L'un (5) est fixé à la base de l'anneau dynamométrique (7), l'autre (6) au bâti de la machine
 - 7 - Anneau dynamométrique
 - 8 - Four
 - 9 - Echantillon
 - 10 - Orifice permettant de faire le vide (5.10^{-6} mm Hg), et d'introduire l'argon.
- Figure 6 : Echantillon déformé de 14,5% à 420°C sous une contrainte de 29 MN/m^2 (x 6,7)
- Figure 7 : Echantillon déformé de 17% à 577°C sous une contrainte de 12 MN/m^2 (x 6,7)
- Figure 8 : Courbes de fluage
- Figure 9 : Variation de la vitesse de fluage au cours du temps (mêmes échantillons que figure 8)
- Figure 10 : Courbe $\dot{\epsilon}$ (t) obtenue lorsqu'on fait des sauts de température
- Figure 11 : Mesure de l'énergie d'activation par la méthode des sauts de température
- Figure 12 : Variation de $\dot{\epsilon}$ à $\epsilon = 5\%$ avec la température
- Figure 13 : Variation de $\dot{\epsilon}$ à $\epsilon = 15\%$ avec la température
- Figure 14 : Effet de la contrainte sur la vitesse de fluage
- Figure 15 : Dislocations de vecteur de Burgers $\vec{c}$ dans un échantillon déformé de 27% à 508°C, avec une contrainte de 12 MN/m^2
- Figure 16 : Quelques exemples d'interaction des dislocations $\vec{c}$ (c) avec les parois de polygonisation (p) :
- A - C : Echantillon déformé de 17% (432°C, 12 MN/m^2)
 - B : Echantillon déformé de 34% (450°C, 12 MN/m^2). Ici les dislocations de la paroi ne sont pas en contraste. La présence de cette dernière se traduit par des franges de moiré qui permettent de fixer à 20' la désorientation des sous-grains adjacents. Remarquer un empilement (e) de dislocations $\vec{c}$. La configura-

tion notée $\bar{c}$ se retrouve moins nettement sur le cliché A. Elle ne peut pas être due au cisaillement de la paroi par le passage successif de dislocations $\bar{c}$, car le vecteur de Burgers de ces dernières est dans le plan du sous-joint. Elle résulte donc d'une interaction élastique entre les dislocations $\bar{c}$ et la paroi. Toutefois, la configuration d'équilibre dans un échantillon massif peut être assez différente.

Figure 17 : Schéma du mode de déformation

Figure 18 : Variation de la vitesse de déformation en fonction de la densité de dislocations $\bar{c}$ au cours d'un essai de fluage

Figure 19 : Relation entre la densité de dislocations $\bar{c}$ et la déformation

Figure 20 : Variation de $v = \dot{\epsilon} / \rho b$ avec la température

Figure 21 : Variation de v avec la contrainte

Figure 22 : Dislocation $\bar{c}$ dans une lame parallèle au plan de base. Le contraste résiduel est nul lorsque la dislocation est parallèle à $\vec{g}$ (cliché du bas)

Figure 23 : Exemples d'interaction entre les dislocations $\bar{c}$ et les sous-joints dans une lame parallèle au plan de base :

A - Echantillon déformé de 17 % (432°C, 12 MN/m²)

B - Echantillon déformé de 27 % (578°C, 12 MN/m²)

La paroi considérée ici est une paroi de torsion (dont seulement deux segments de dislocation sur trois sont en contraste)

Figure 24 : La configuration figurée ici a été observée dans un échantillon déformé de 17 % (432°C, 12 MN/m²). On distingue par la nature de leur contraste :

- les dislocations $\bar{c}$, dont la direction moyenne est parallèle à la rangée de précipités,
- les dislocations $\bar{a}$, qui leur sont grossièrement perpendiculaires.

Figure 25 : Punching de boucles prismatiques de vecteur de Burgers $\bar{a}$ par des précipités incohérents (coupe basale)

Figure 26 : Amas de précipités cohérents et dislocations $\bar{c}$ dans une coupe basale d'un échantillon non déformé. Remarquer que les précipités sont allongés dans la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Noter également que la dislocation $\bar{c}$ qui est ancrée sur des précipités a pris une courbure au cours de la fabrication du monocristal. La contrainte nécessaire pour provoquer cette courbure est élevée : $3 \cdot 10^{-4} \mu$ (≈ 5 MN/m²). Elle peut provenir de la présence même des précipités ou d'une sursaturation de lacunes de 10^{-2} au cours du refroidissement. Il convient de remarquer qu'une telle contrainte peut activer des sources de 1,6 μ m de diamètre.

Figure 27 : Courbes $\dot{\epsilon}(t)$ relatives à des échantillons recuits, ou non

Figure 28 : Variation avec la température de la vitesse de fluage pour une déformation de 5 %

Figure 29 : Dislocations $\bar{c}$ dans une coupe prismatique d'un échantillon déformé de 27 % (508°C, 12 MN/m²). Remarquer la taille des précipités

Figure 30 : Configurations observées dans des lames basales d'échantillons déformés sous une contrainte de 12 MN/m² :

A-B : 25 % à 501°C

C : 27 % à 508°C

On distingue les dislocations $\bar{c}$ des dislocations $\bar{a}$, par la différence d'aspect de leur contraste

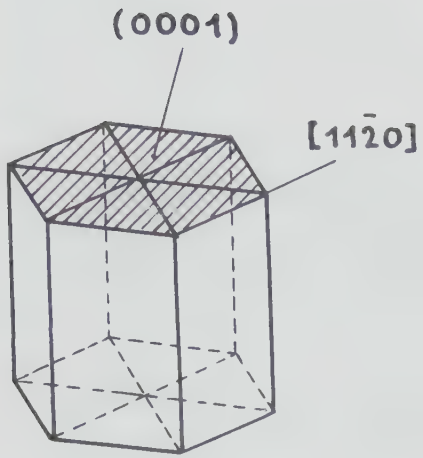
Figure 31 : Effet de la température sur le quotient $v = \frac{\dot{\epsilon}}{\rho b}$

Figure 32 : Courbe représentative de $f(x)$

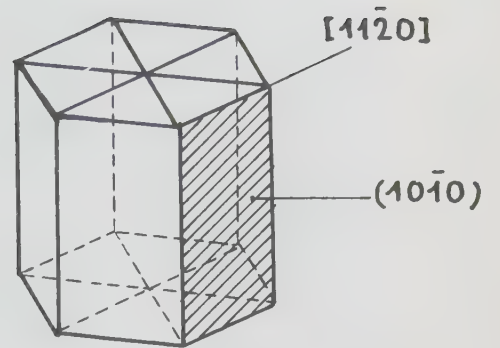
Figure 33 : Courbe représentative de $g(x)$

Figure 34 : Variation de ϵ_i^{∞} avec la température et la contrainte

La courbe du bas conduit à un exposant de la contrainte égal à 5,3. Elle a été obtenue directement à partir des droites d'Arrhénius du graphique du haut



Glissement basal



Glissement prismatique

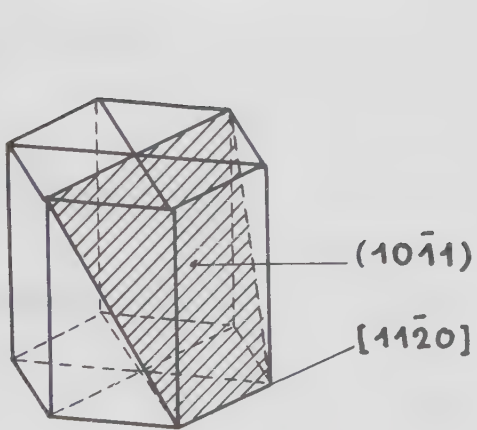
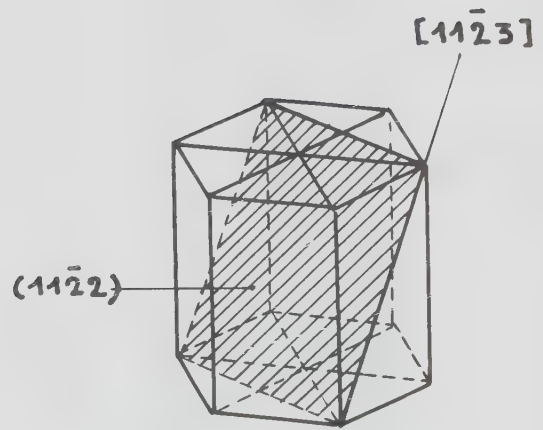
Glissement pyramidal de 1^{ère} espèceGlissement pyramidal de 2^{ème} espèce

FIGURE 1

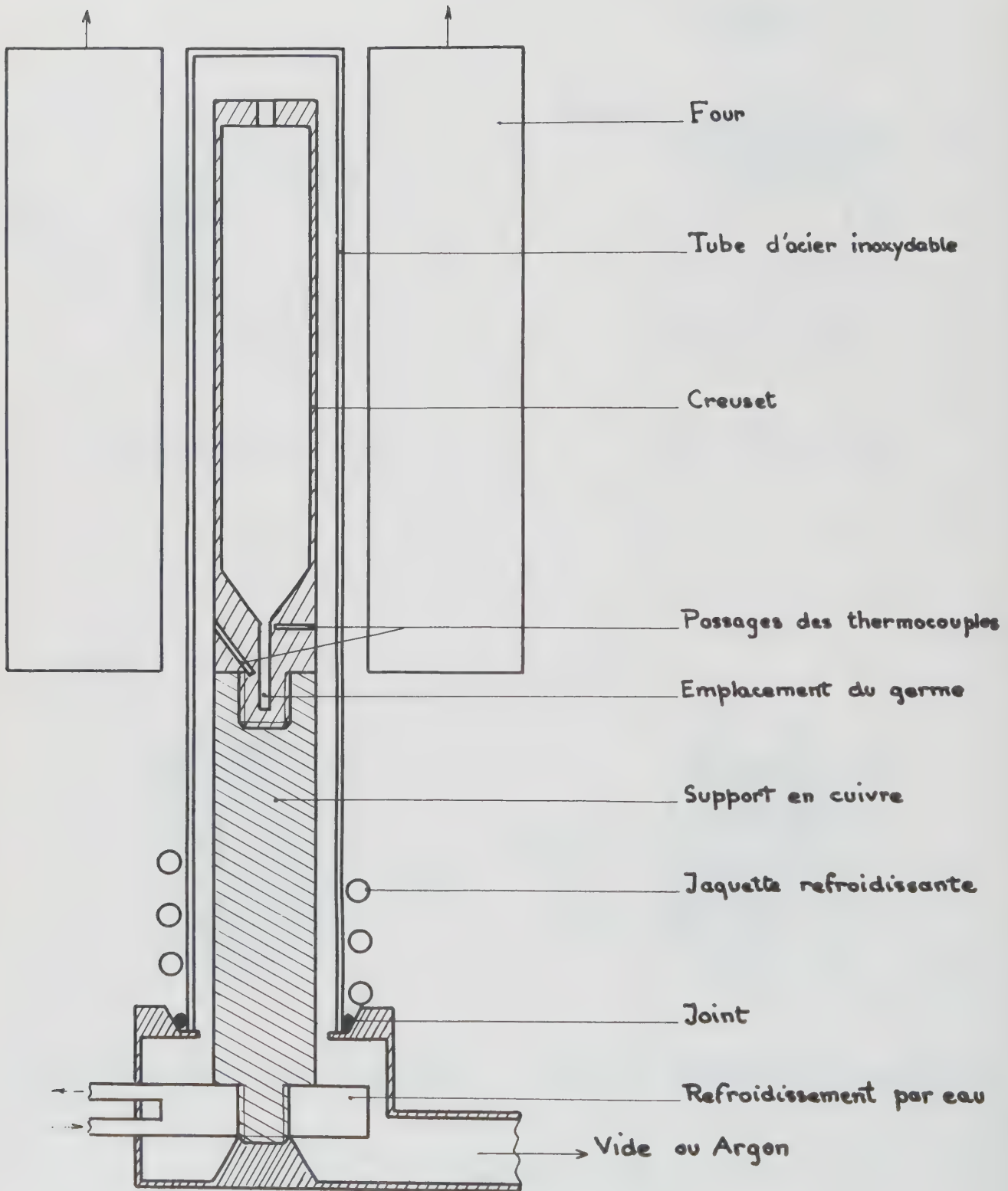


FIGURE 2

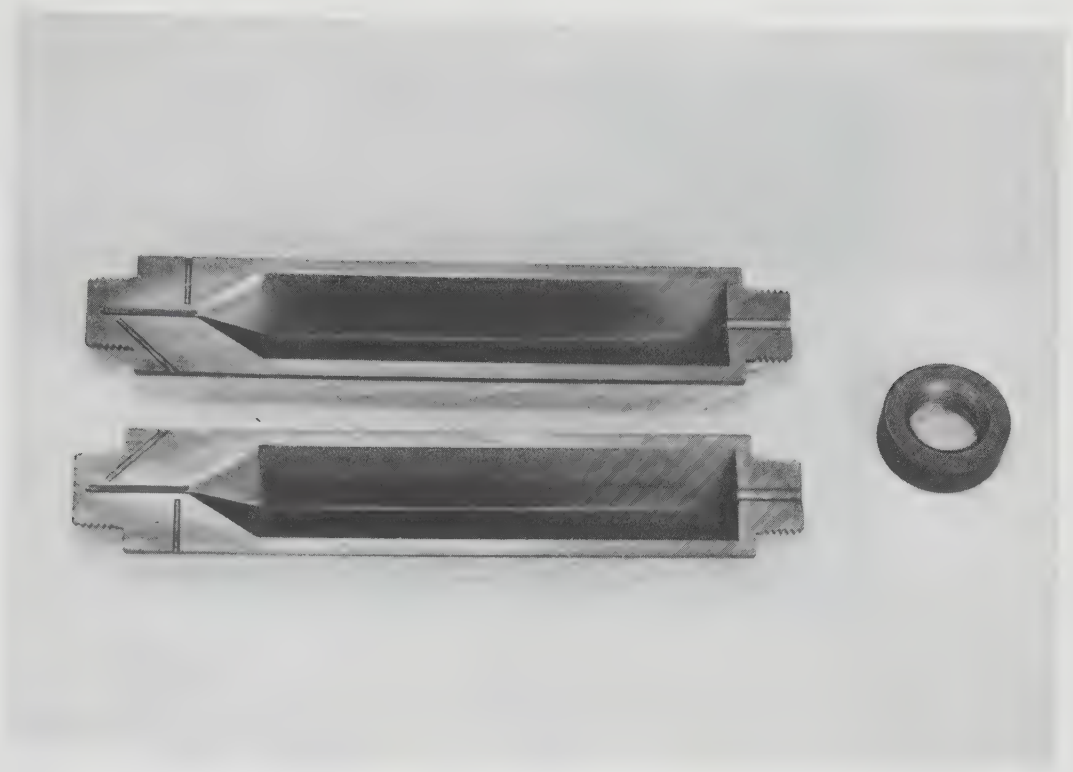


FIGURE 3

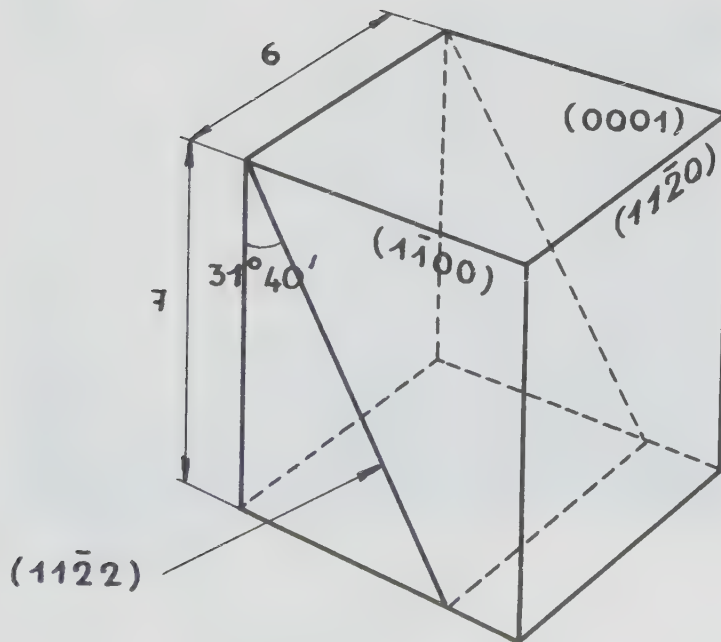


FIGURE 4

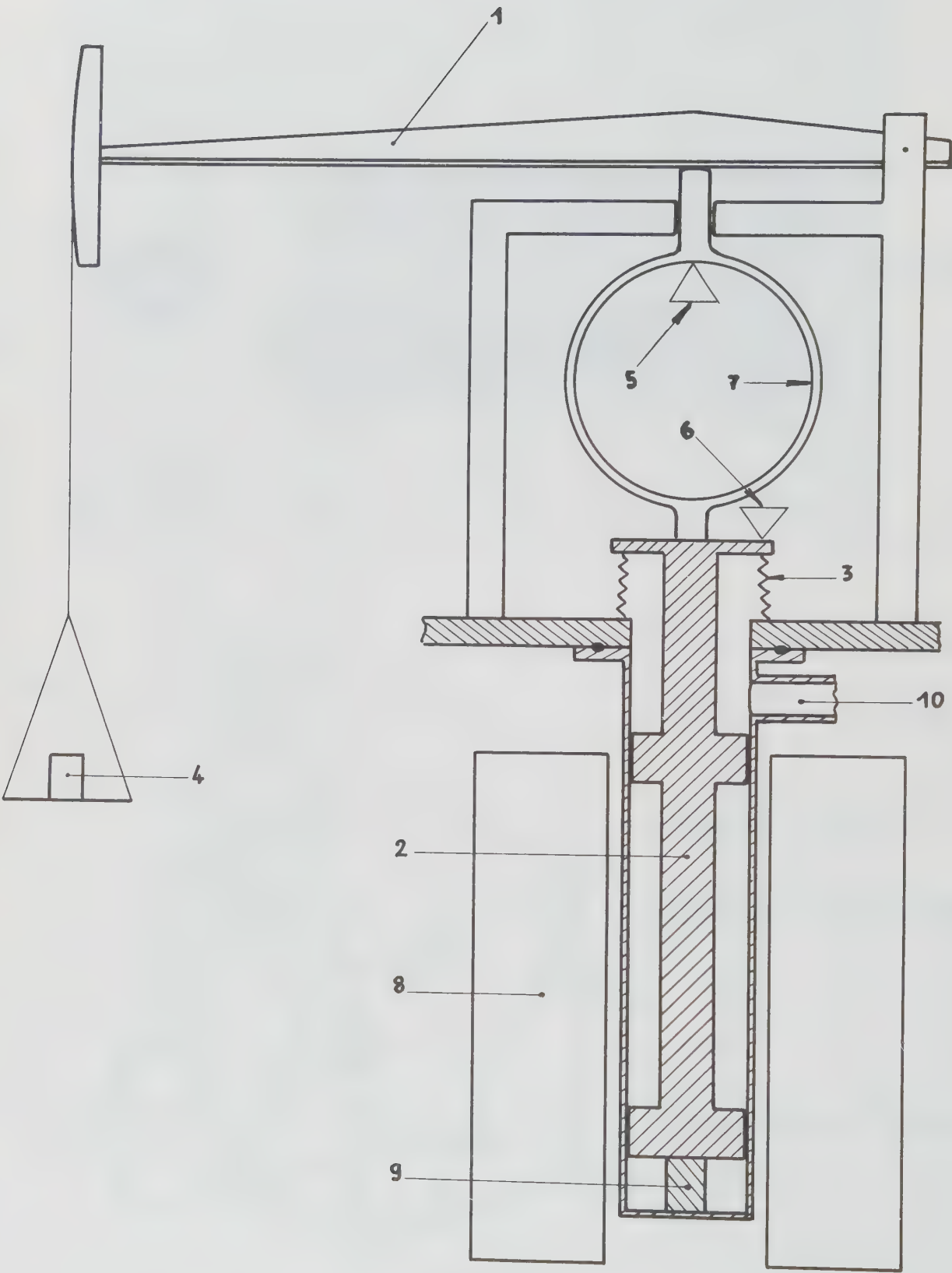


FIGURE 5

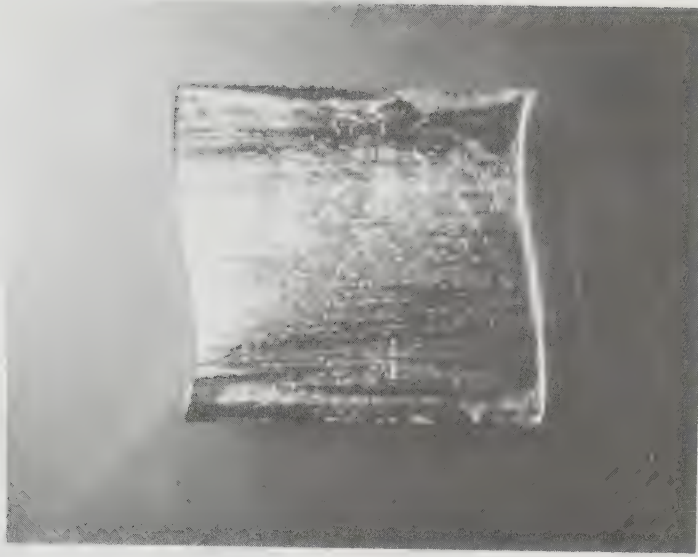


FIGURE 6

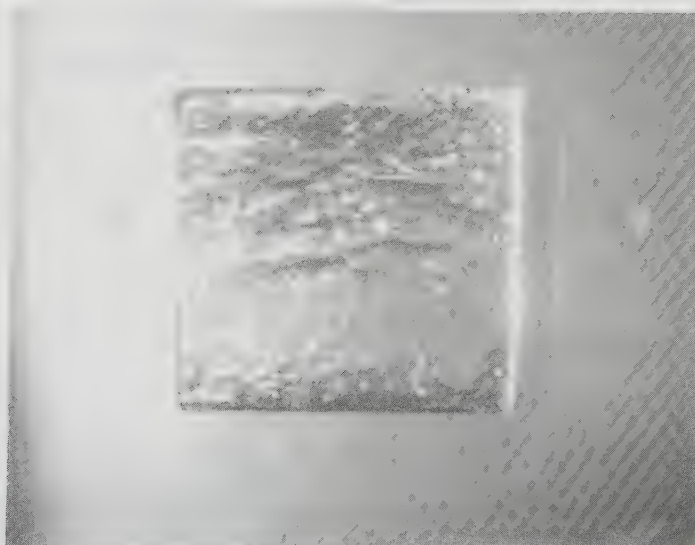


FIGURE 7

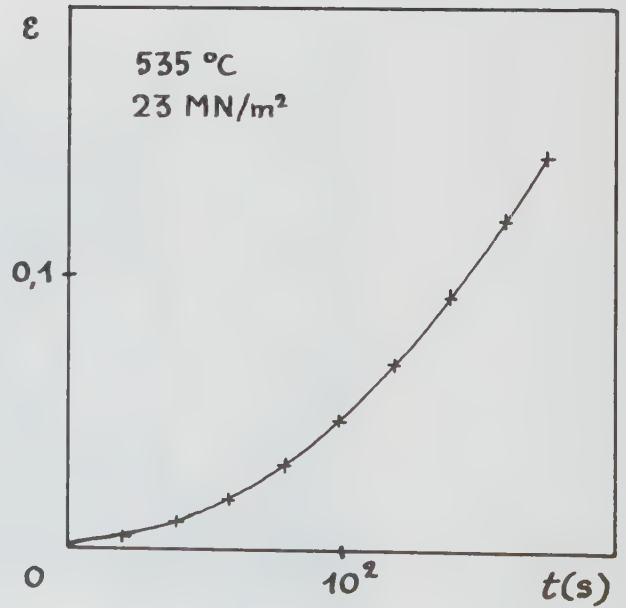
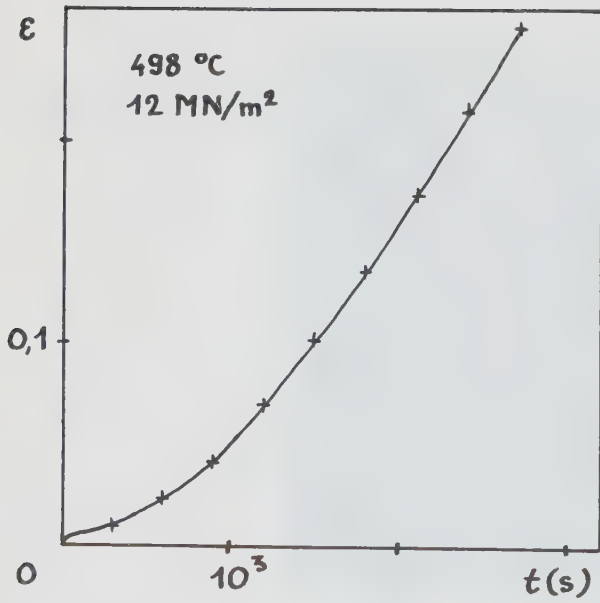
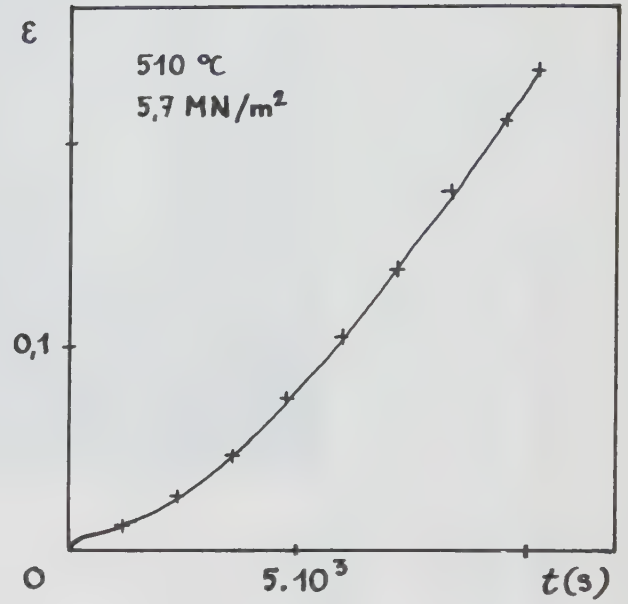
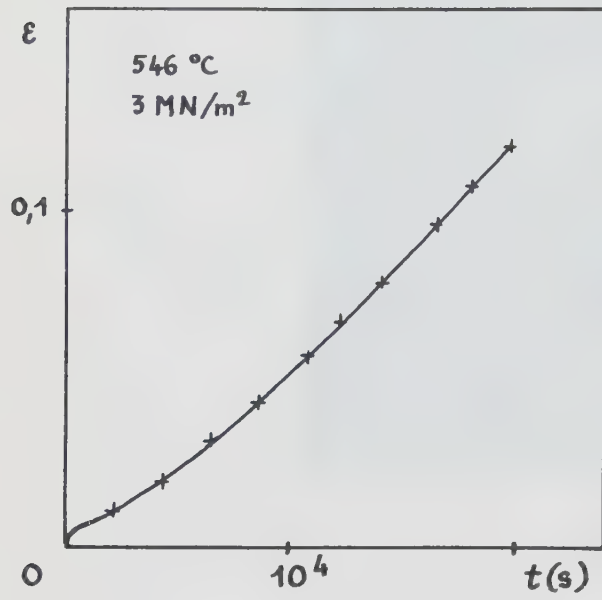


FIGURE 8

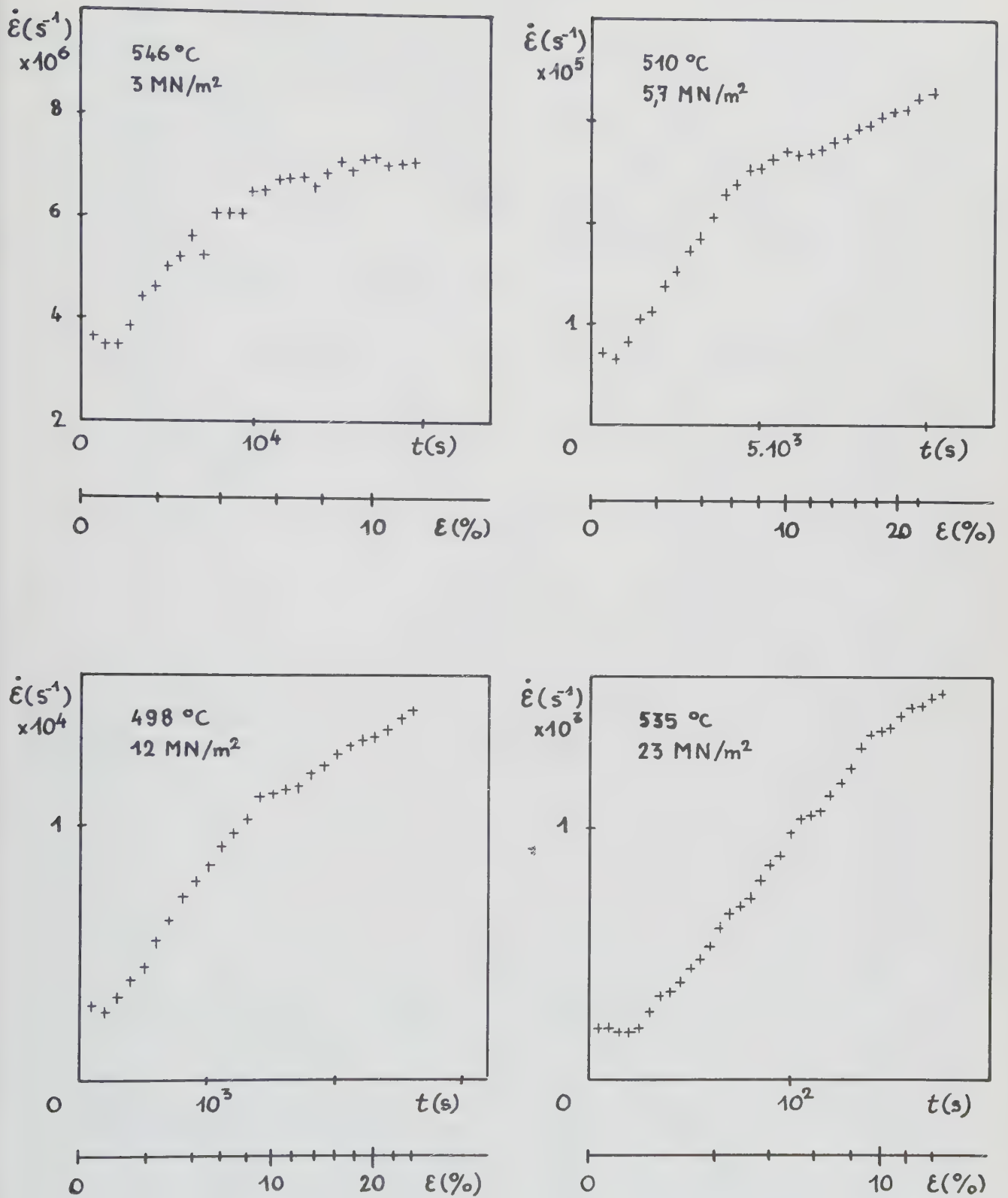


FIGURE 9

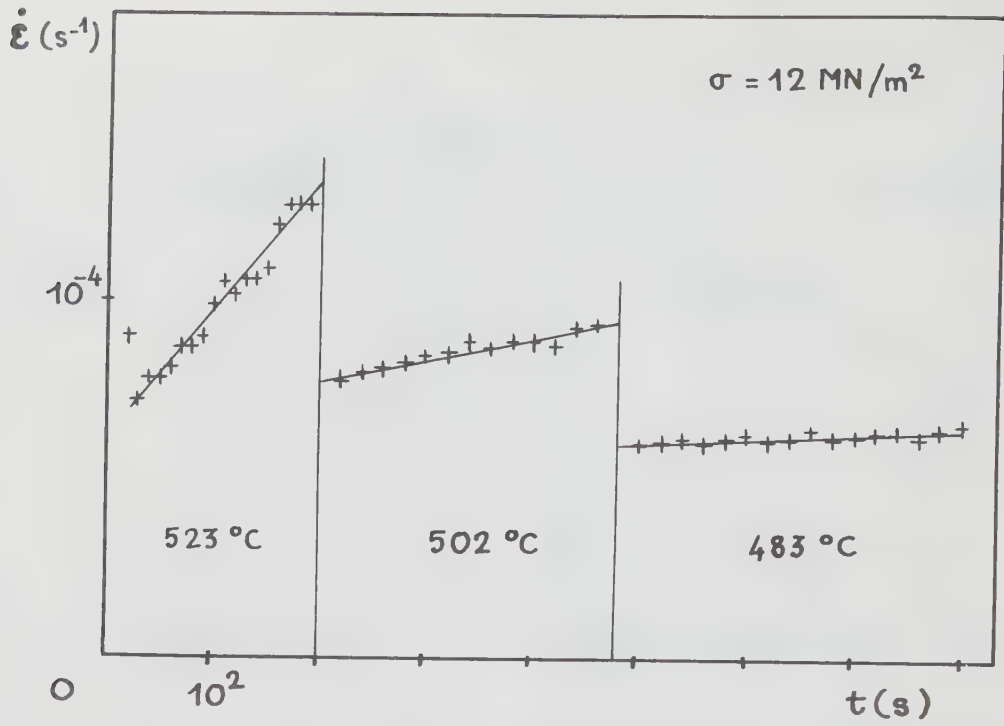


FIGURE 10

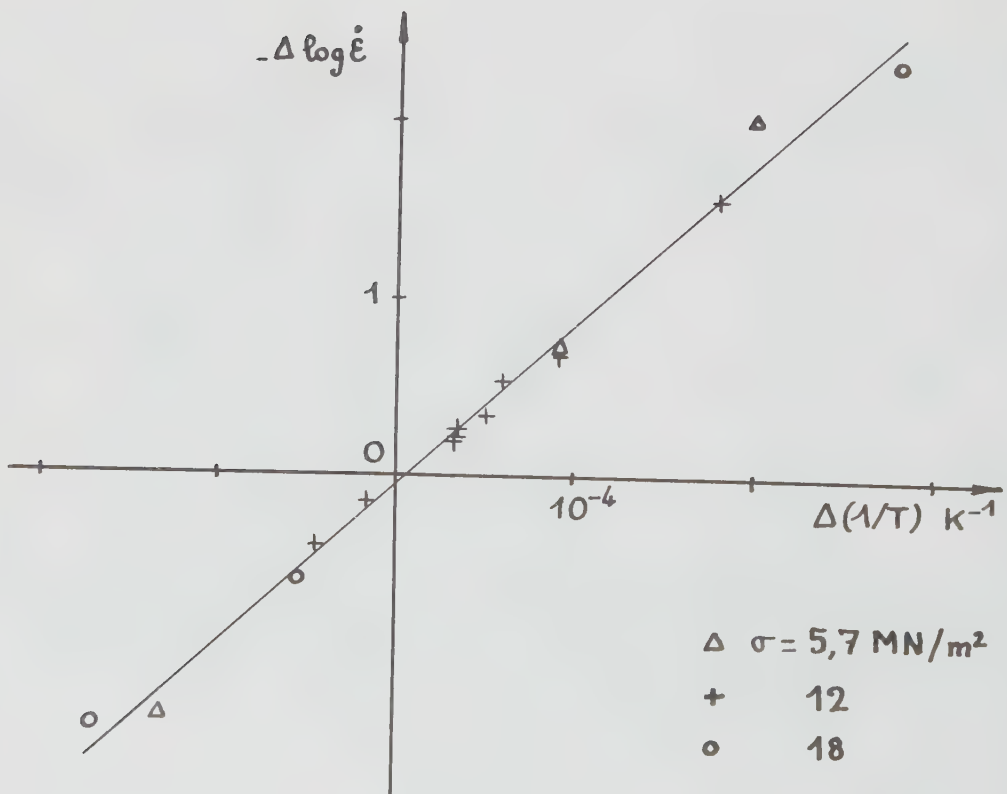


FIGURE 11

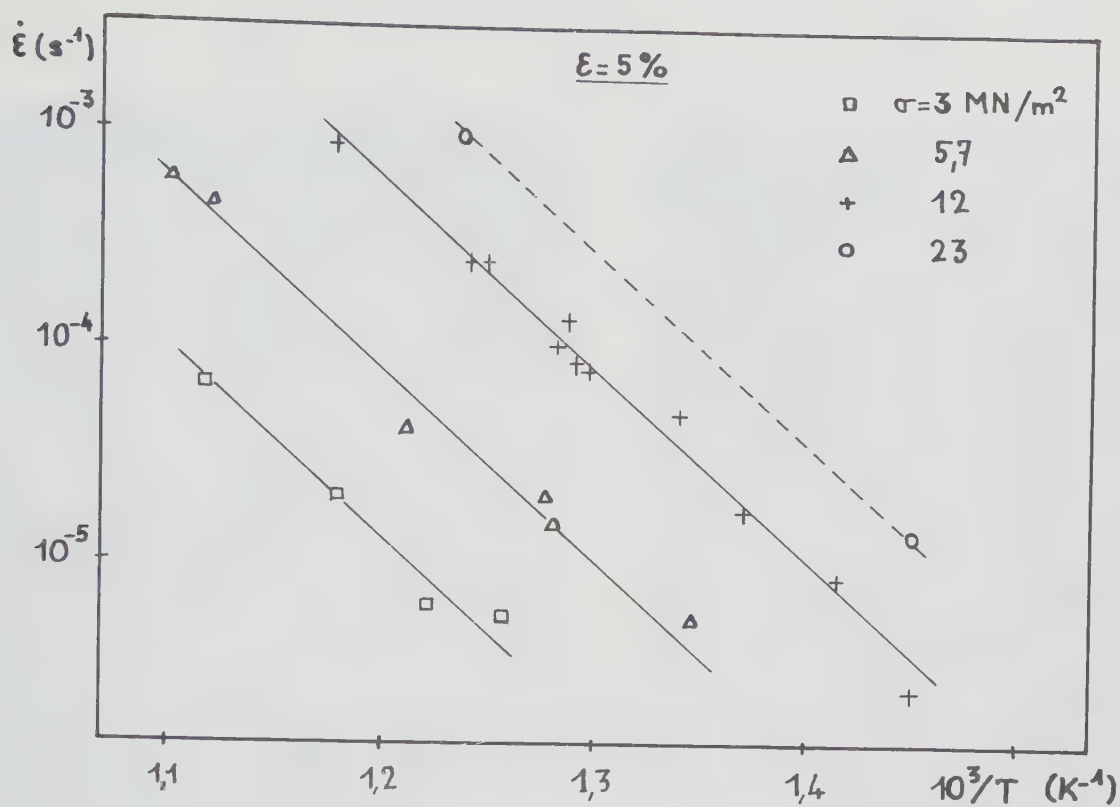


FIGURE 12

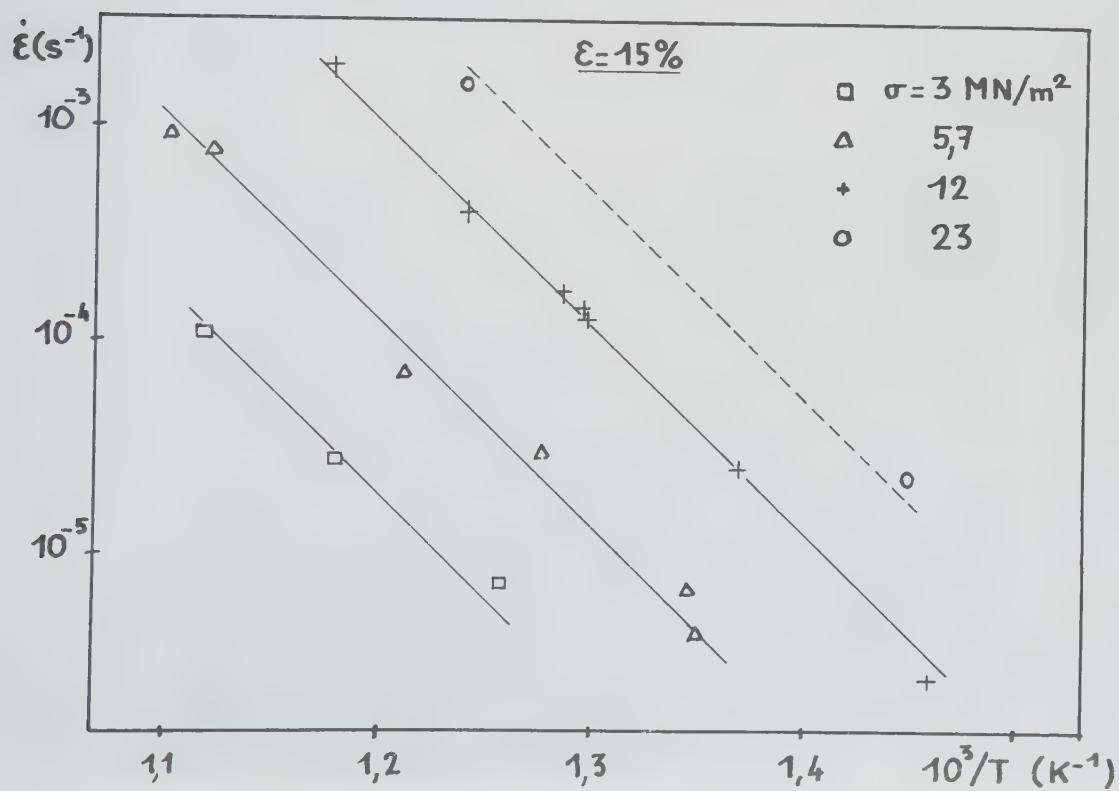


FIGURE 13

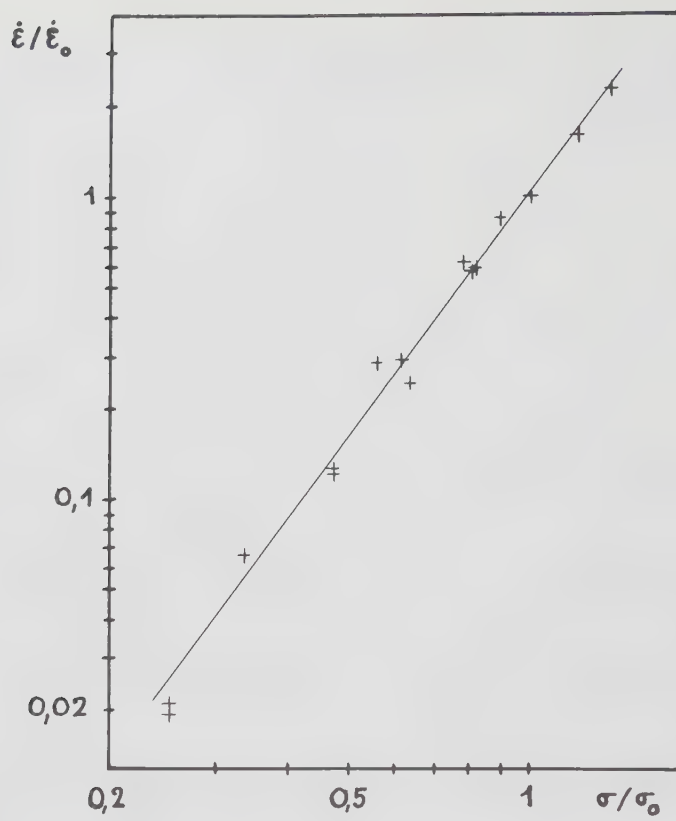
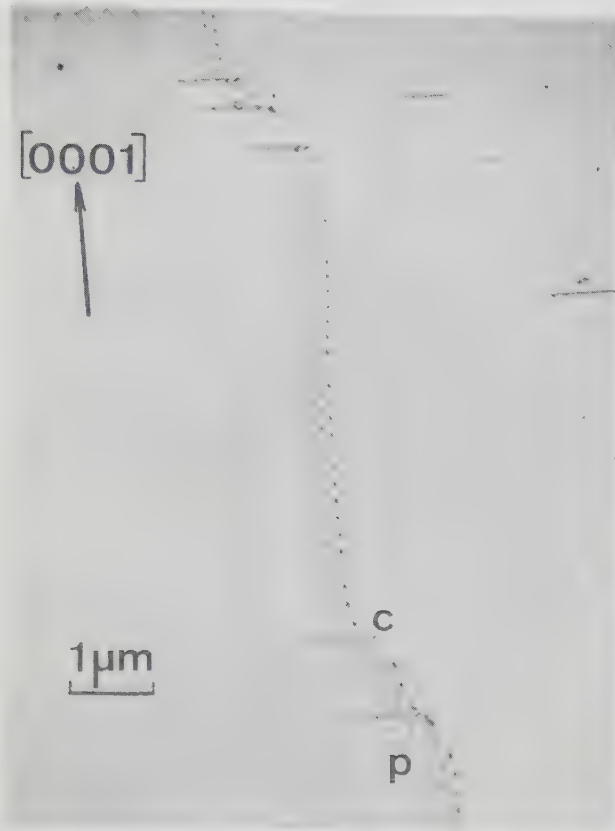
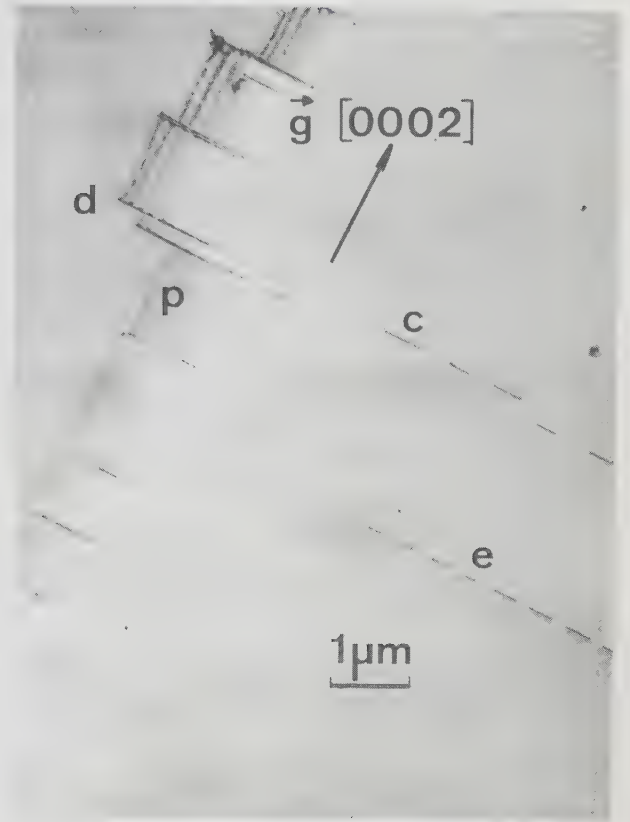


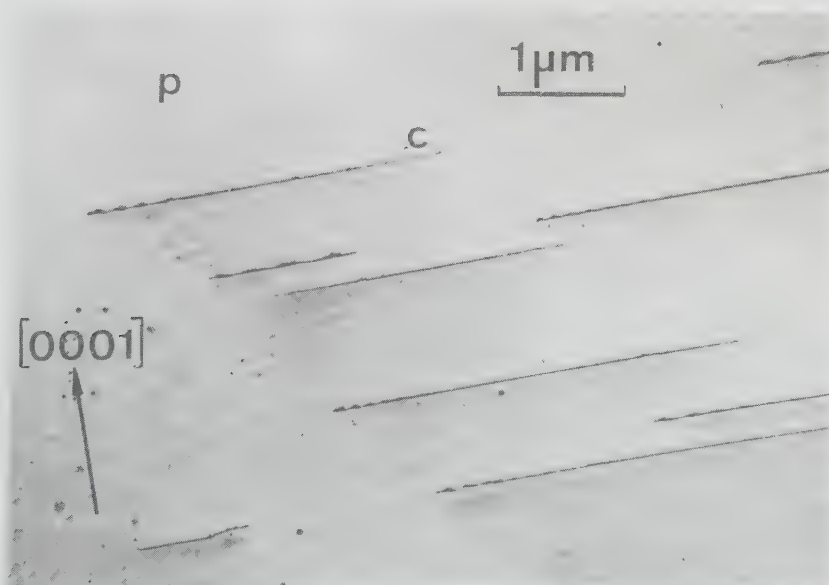
FIGURE 14



FIGURE 15

A**B**

réflecteur principal [0002]

C

réflecteur principal [0002]

FIGURE 16

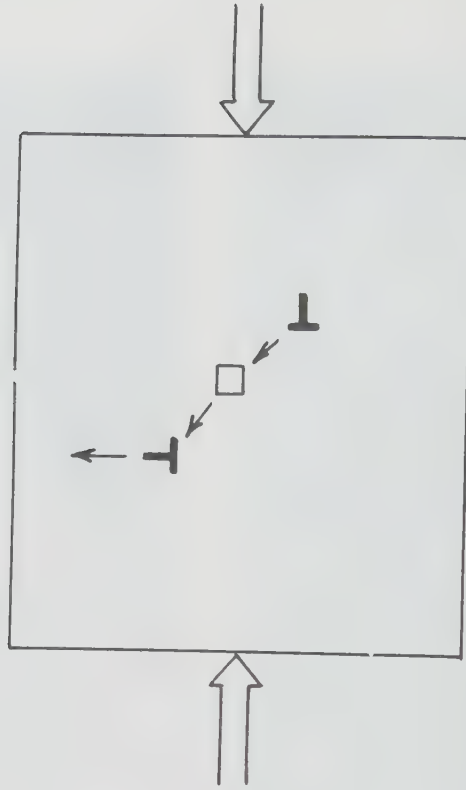


FIGURE 17

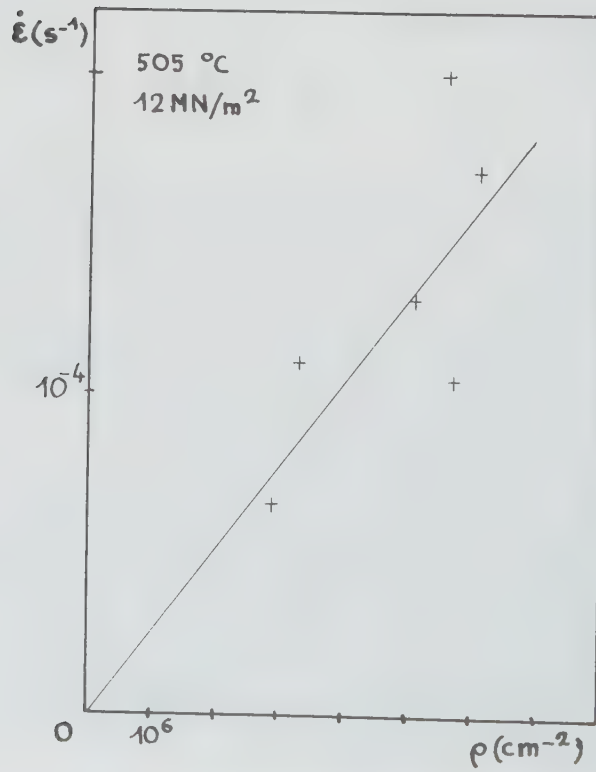


FIGURE 18

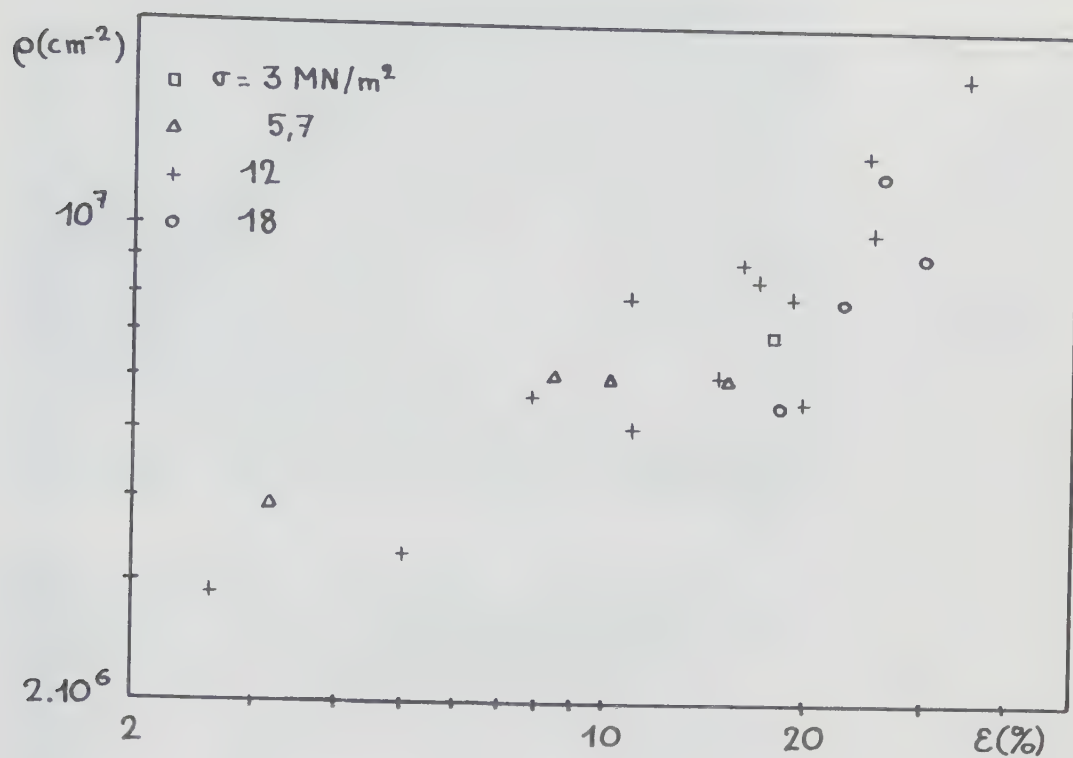


FIGURE 19

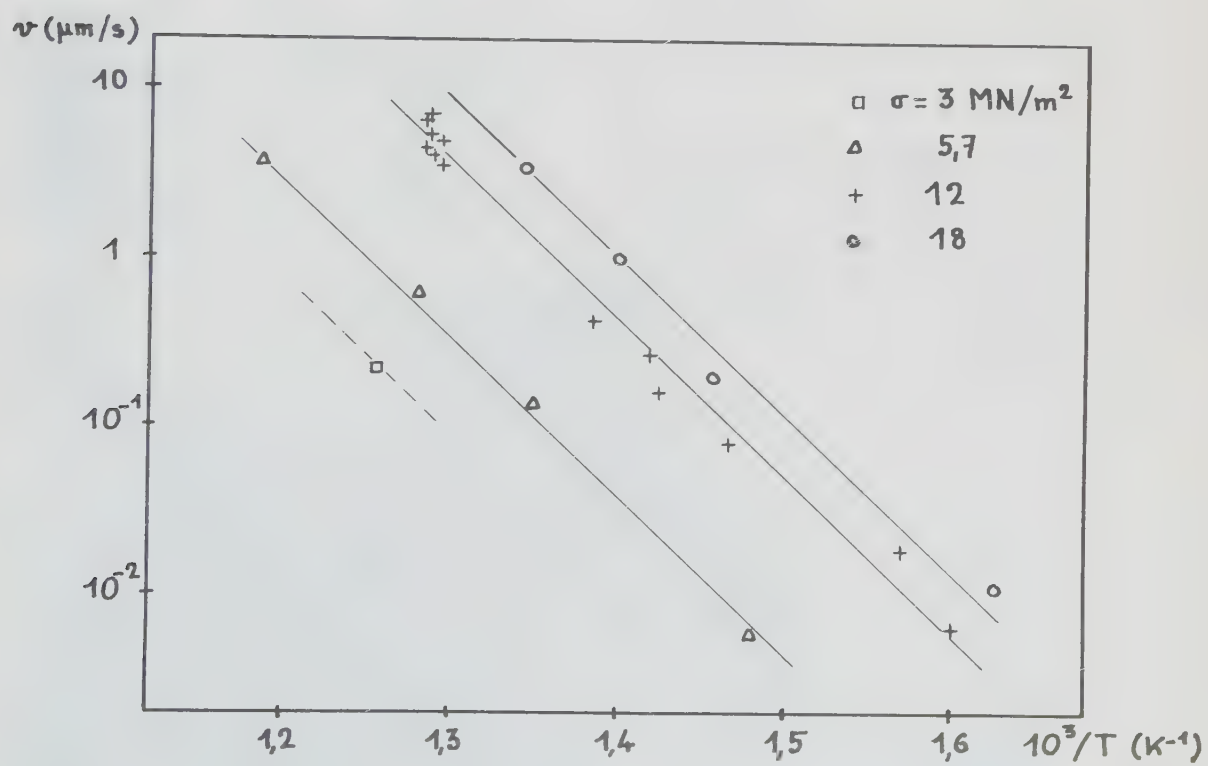


FIGURE 20

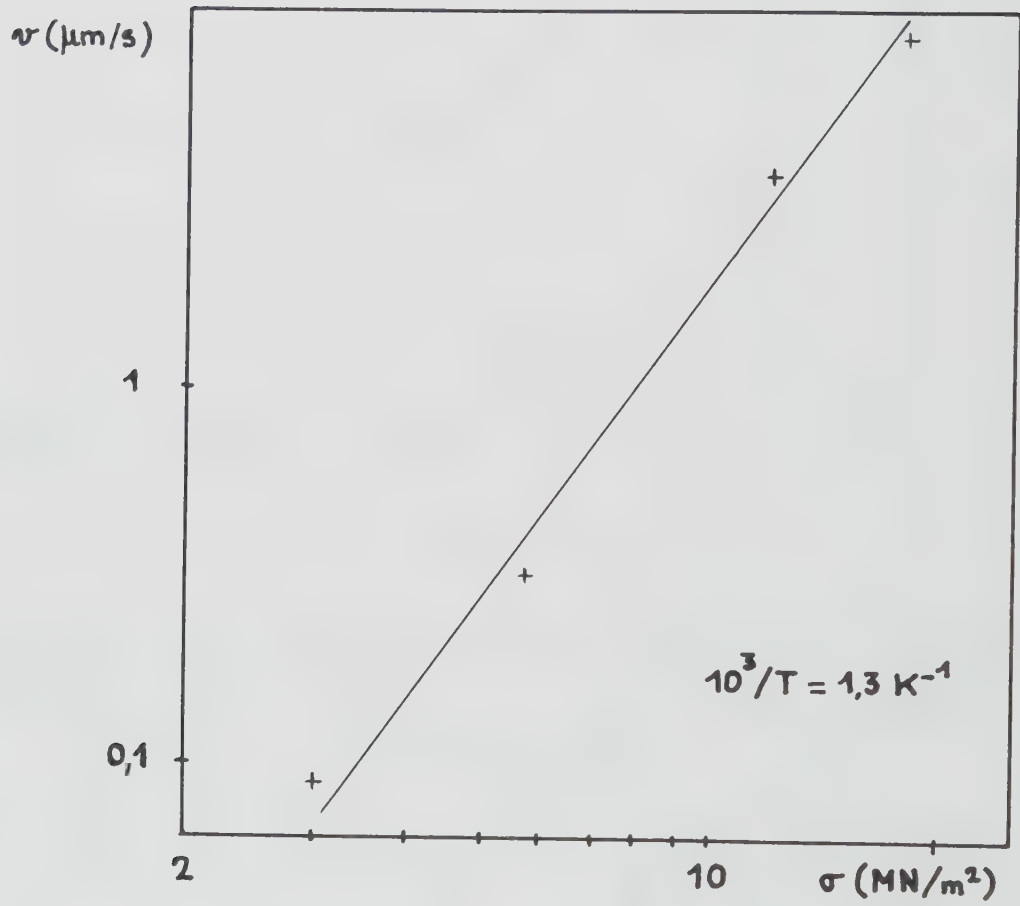


FIGURE 21

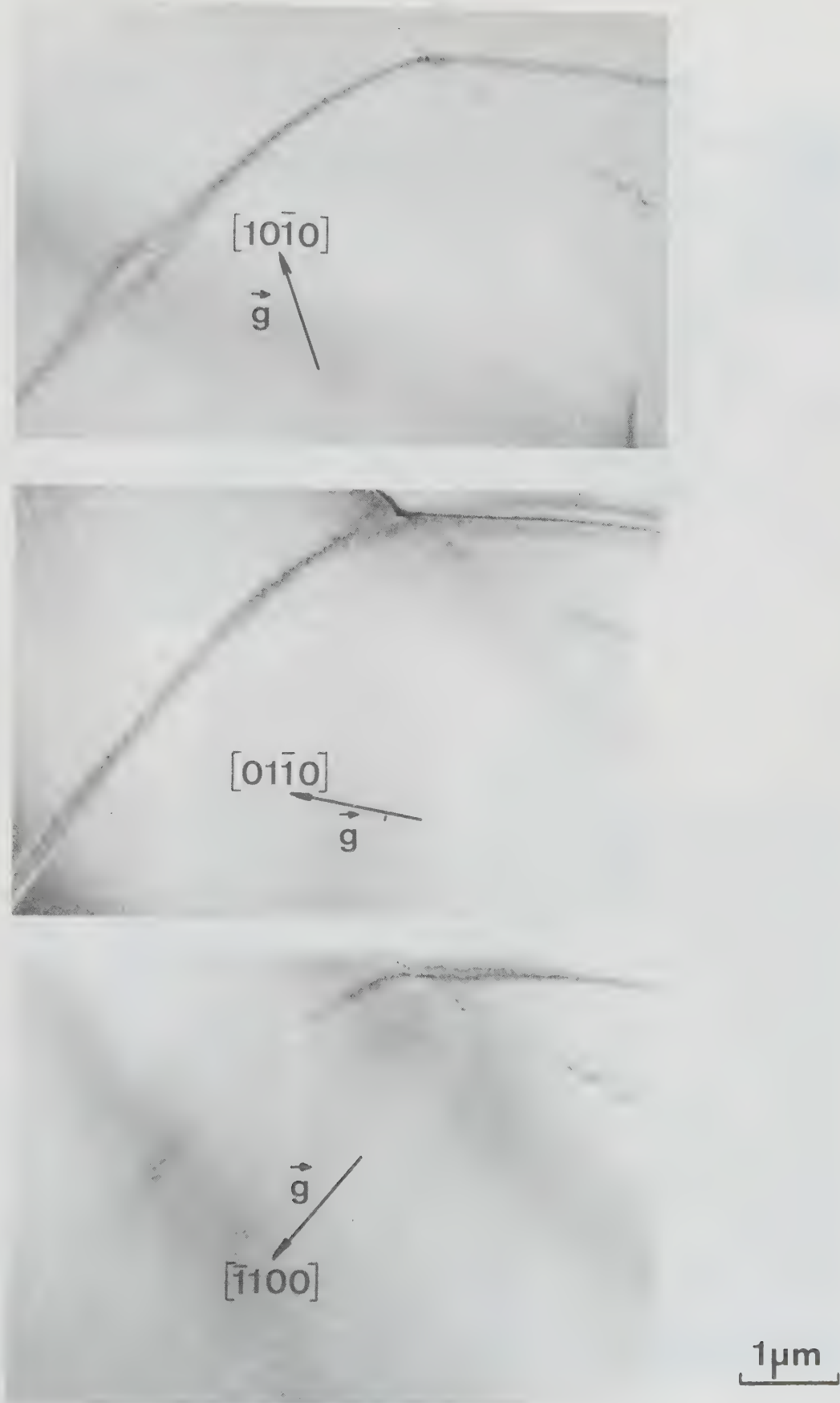


FIGURE 22

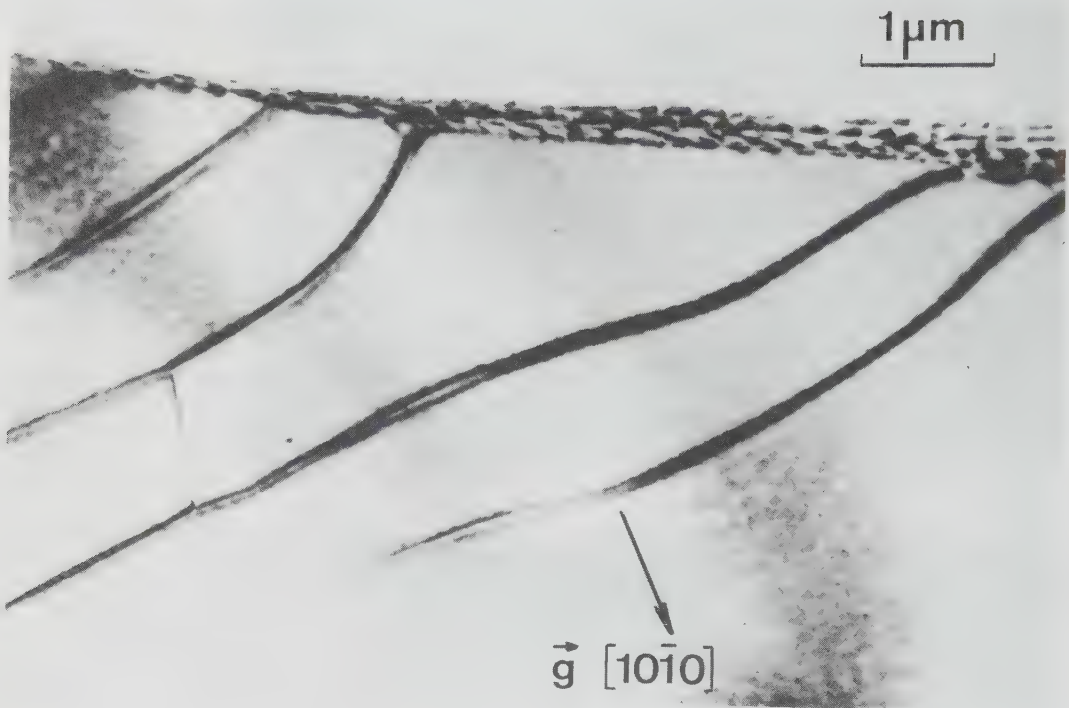
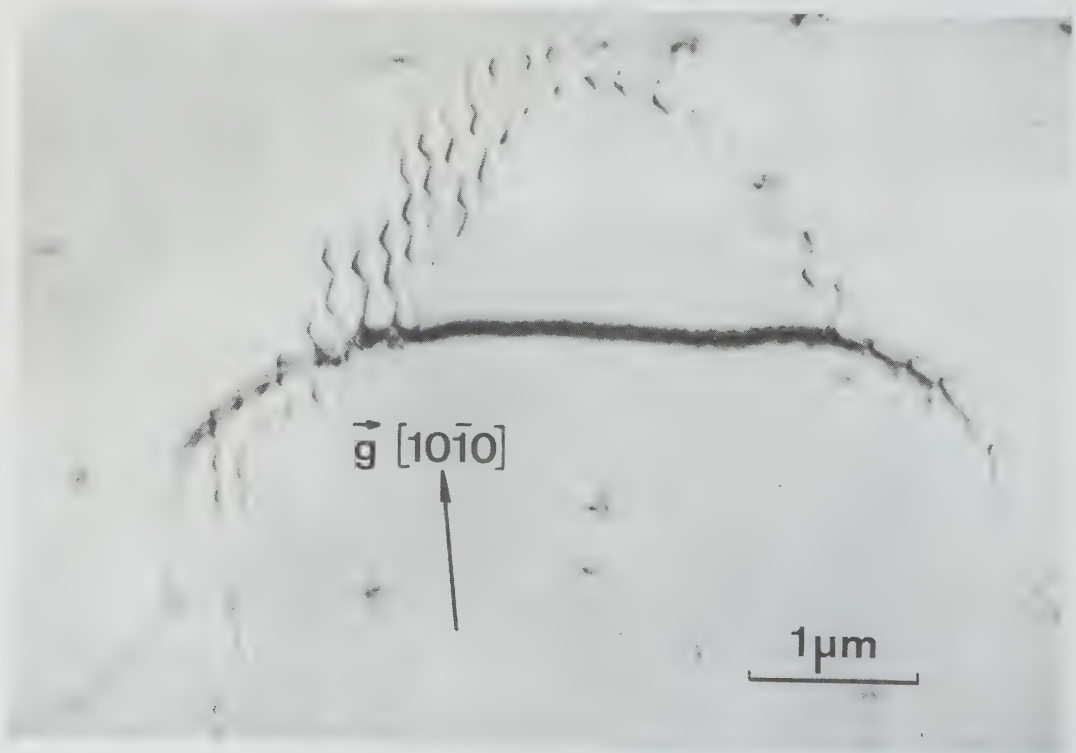
A**B**

FIGURE 23



FIGURE 24

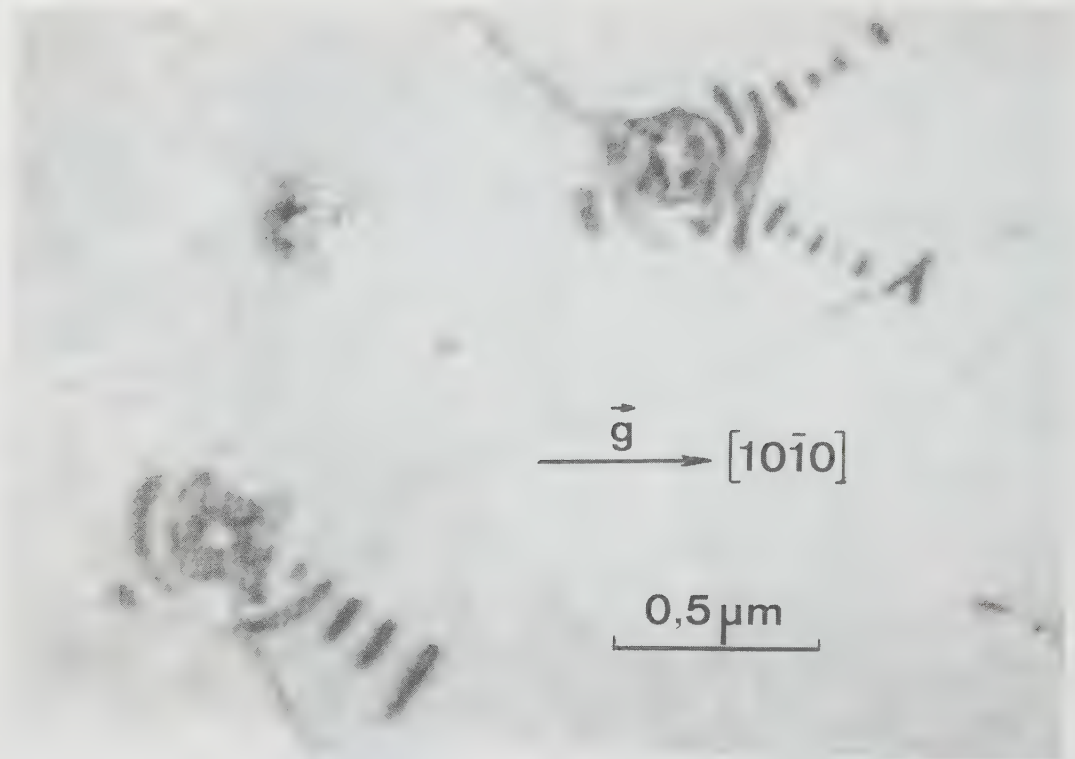


FIGURE 25

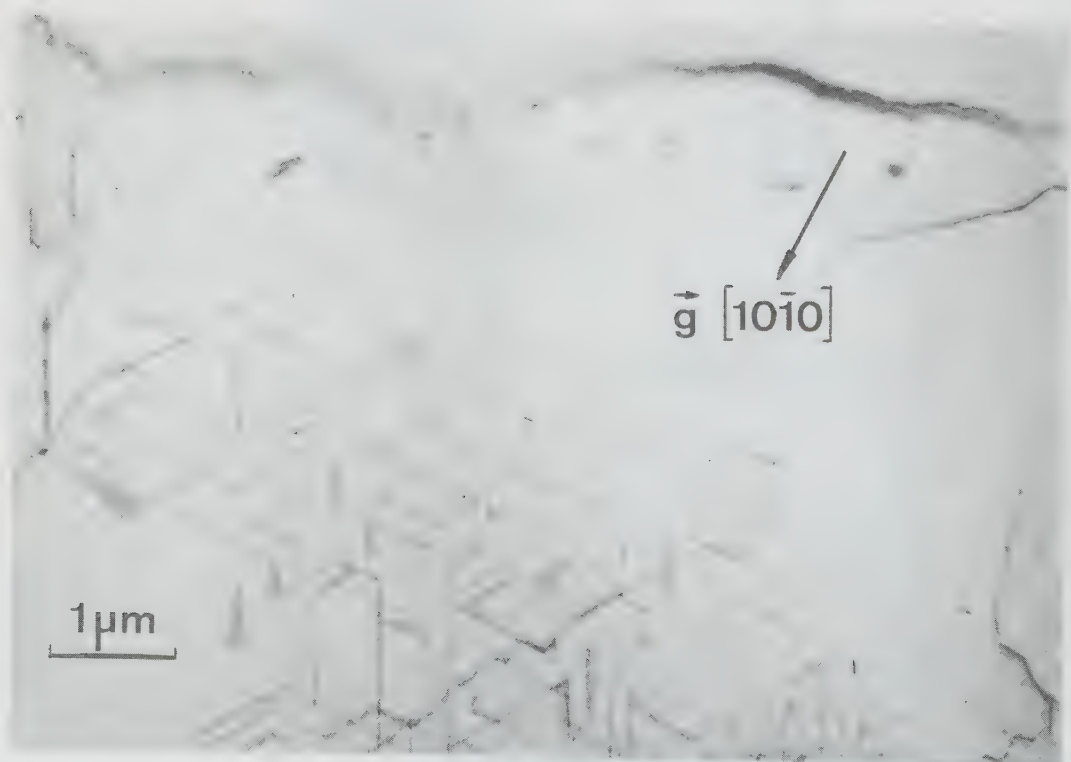


FIGURE 26

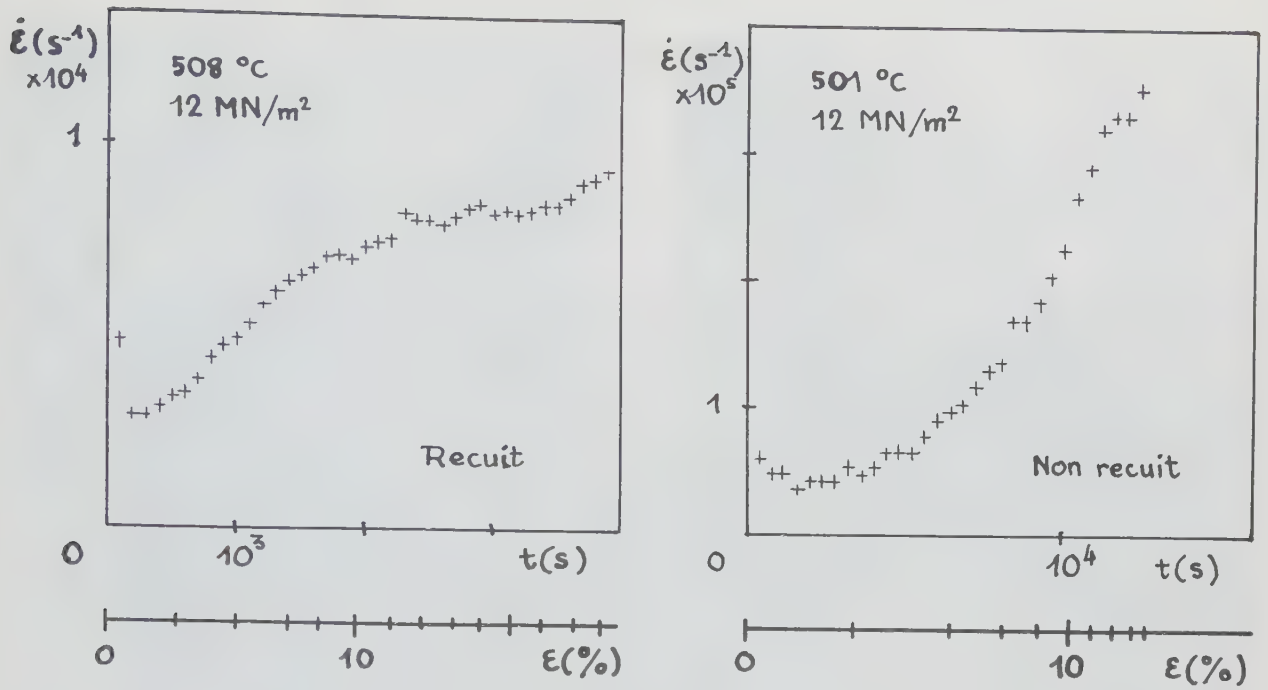


FIGURE 27

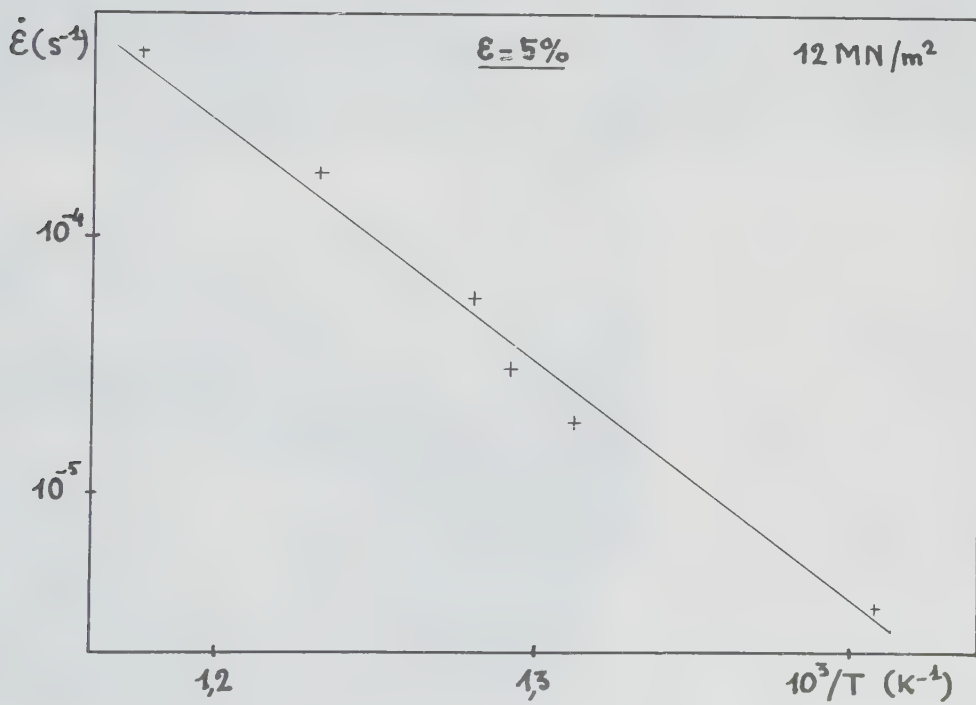


FIGURE 28

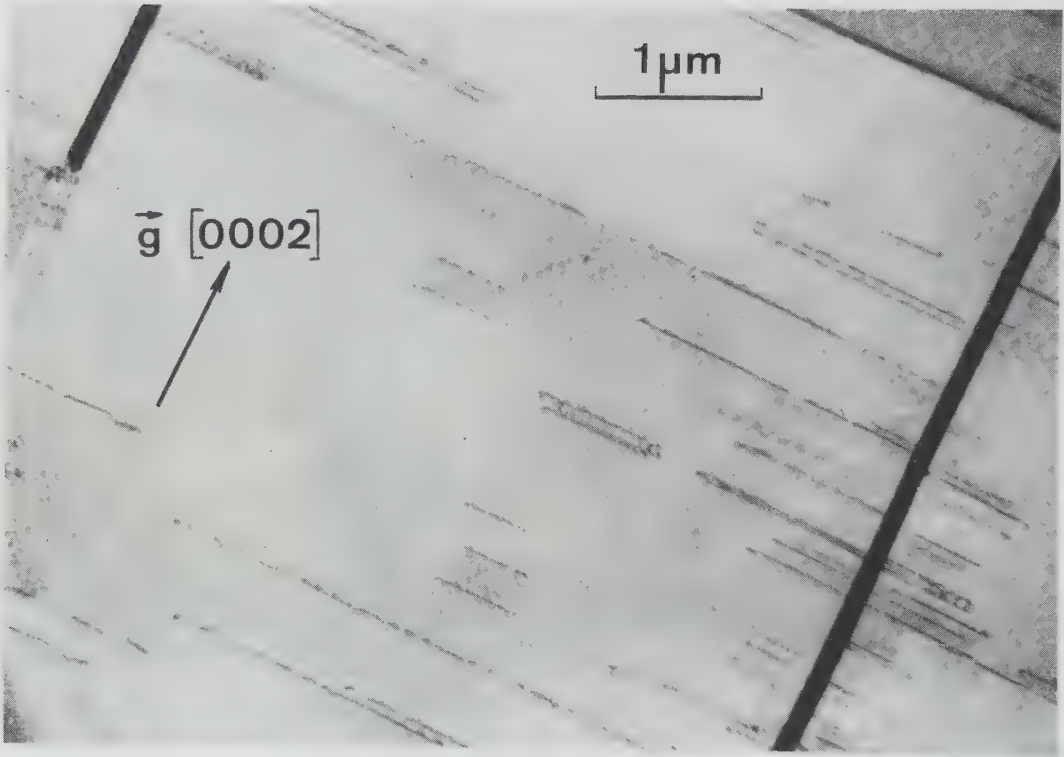
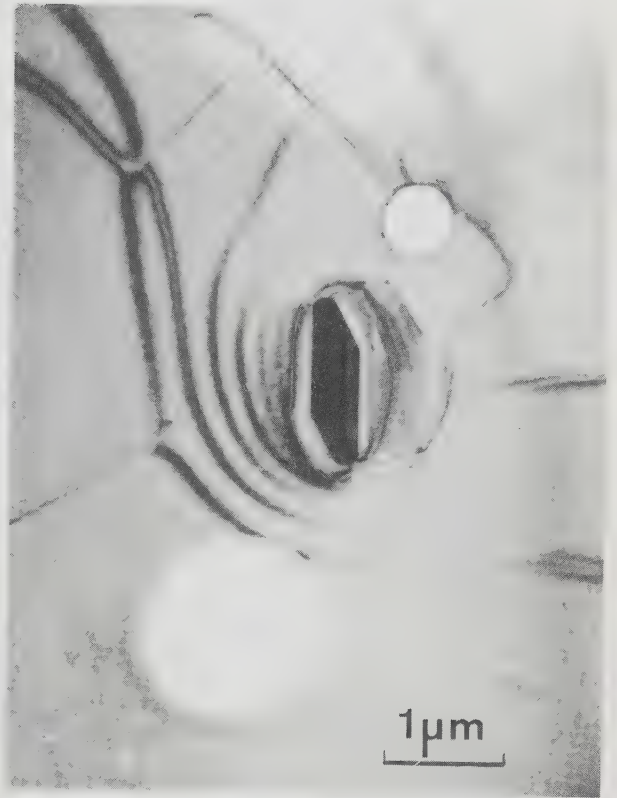


FIGURE 29

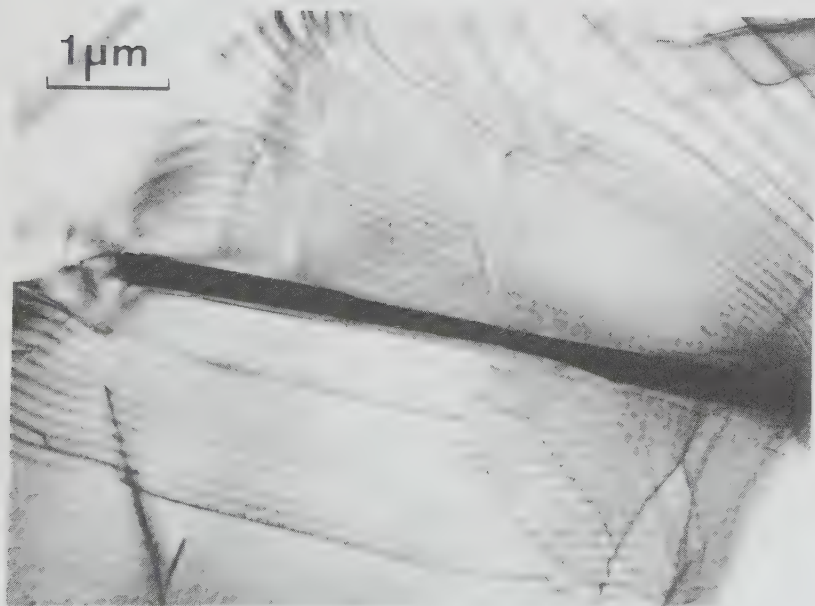
$\vec{g} [10\bar{1}0]$


A

 $\vec{g} [10\bar{1}0]$


B

C


 $\begin{matrix} & [10\bar{1}0] \\ [01\bar{1}0] & \nearrow \\ & \searrow [1\bar{1}00] \end{matrix}$

tous réflecteurs

FIGURE 30

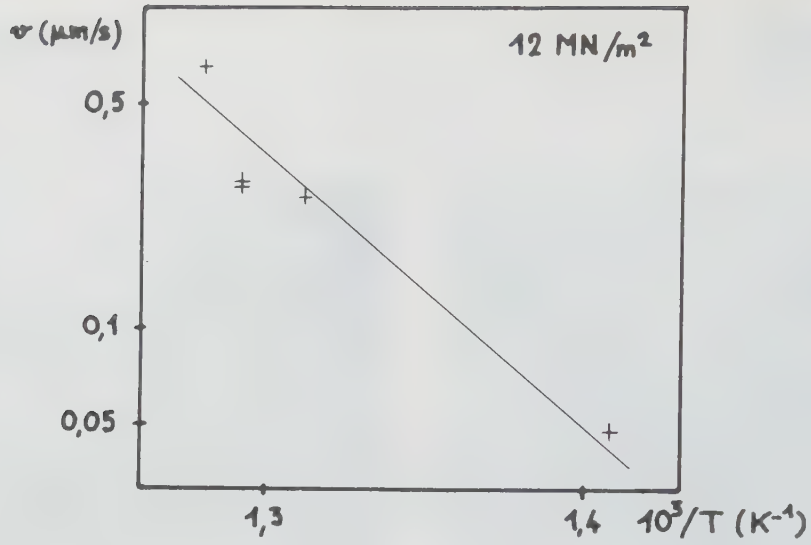


FIGURE 31

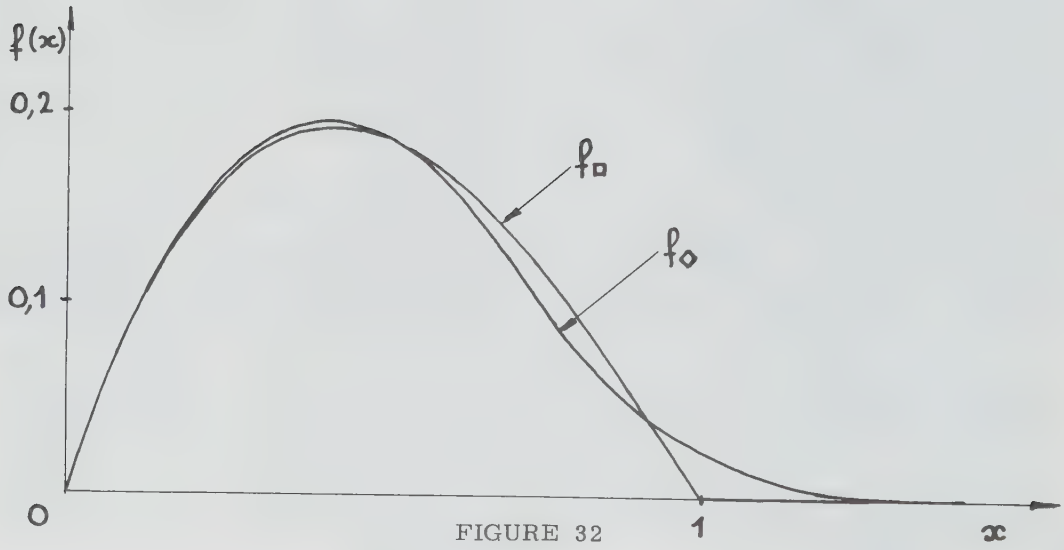


FIGURE 32

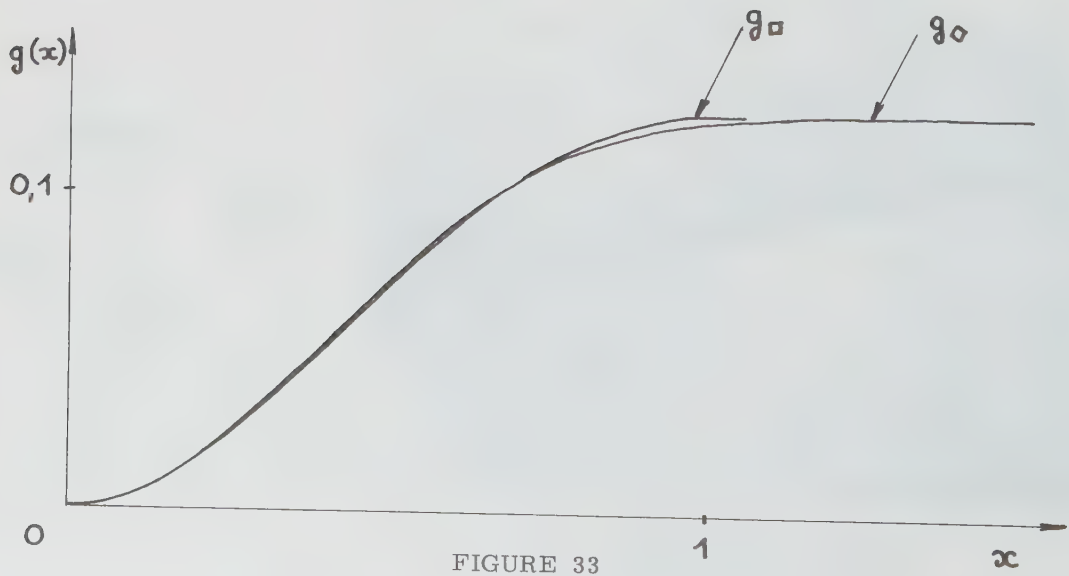


FIGURE 33

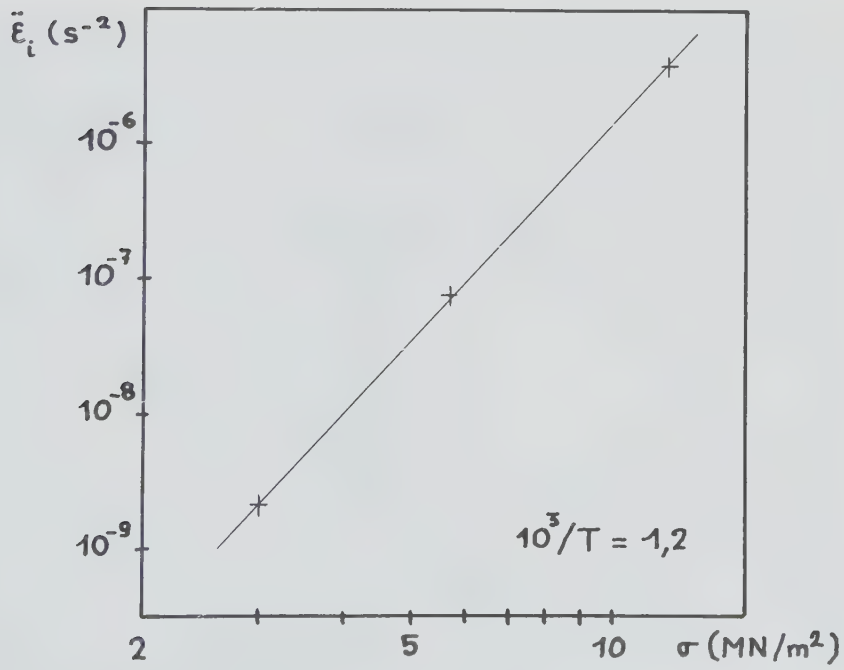
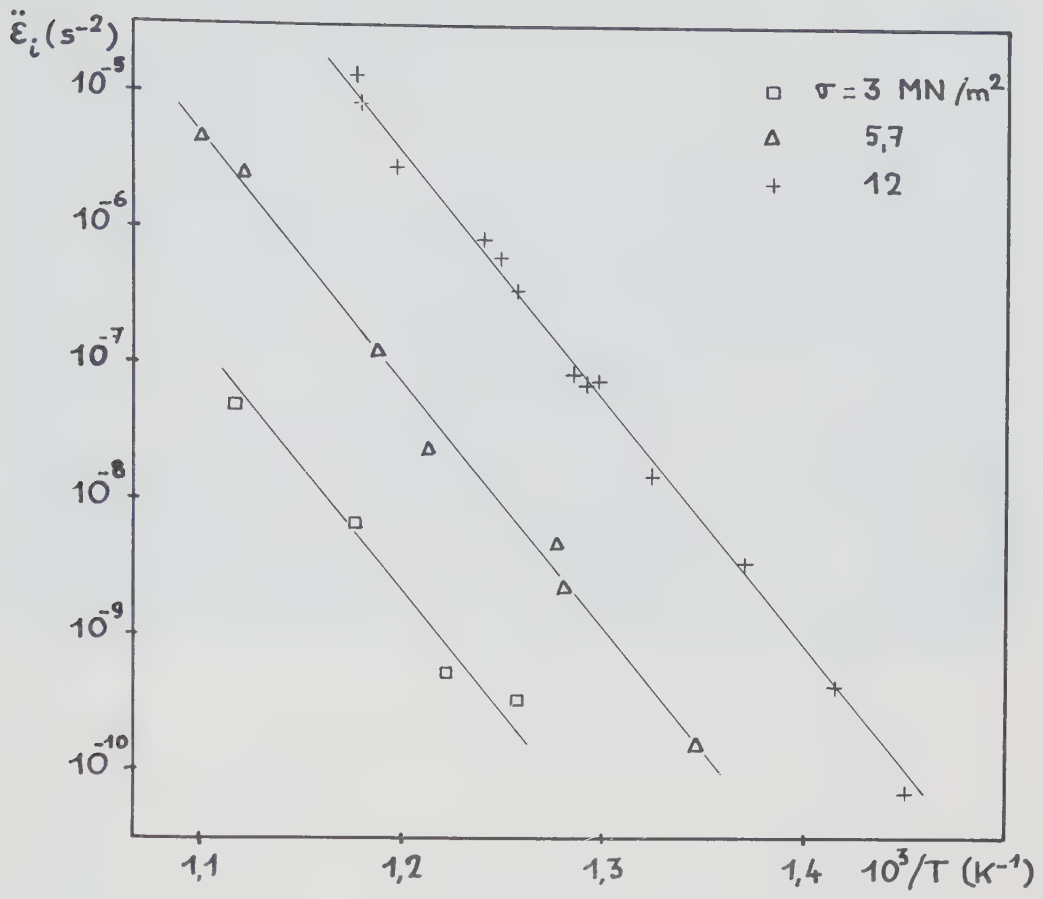


FIGURE 34

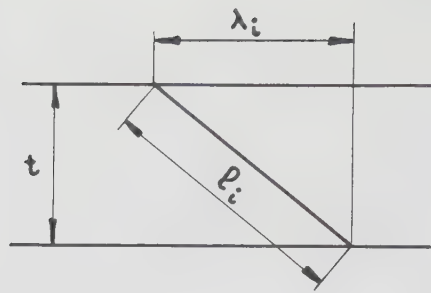


FIGURE 1-A

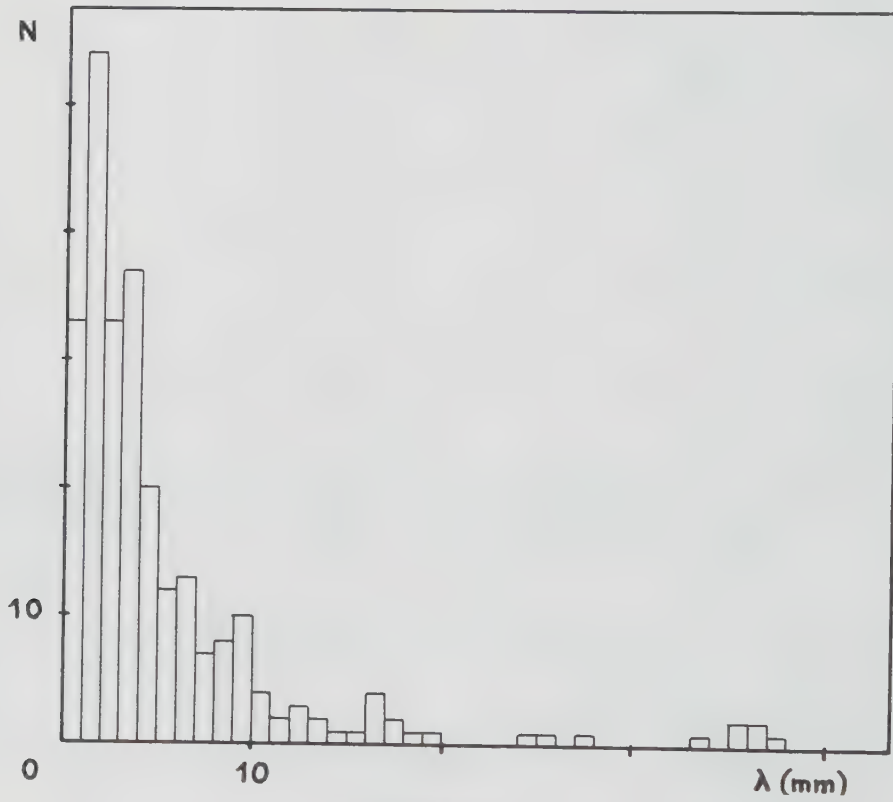


FIGURE 2-A

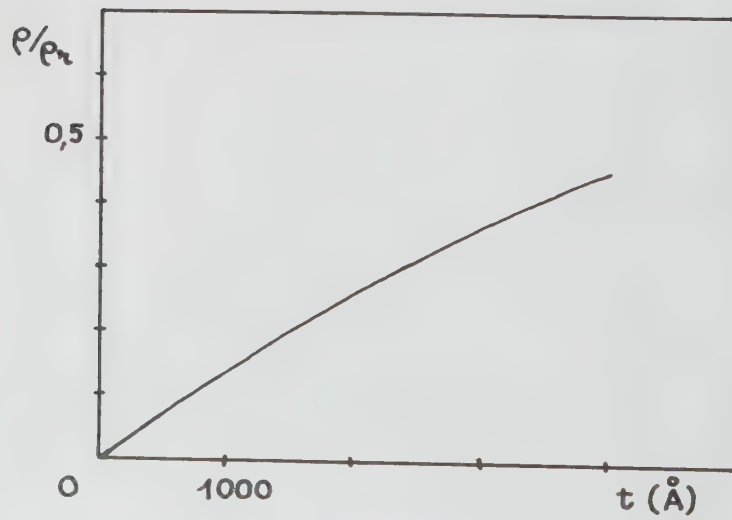
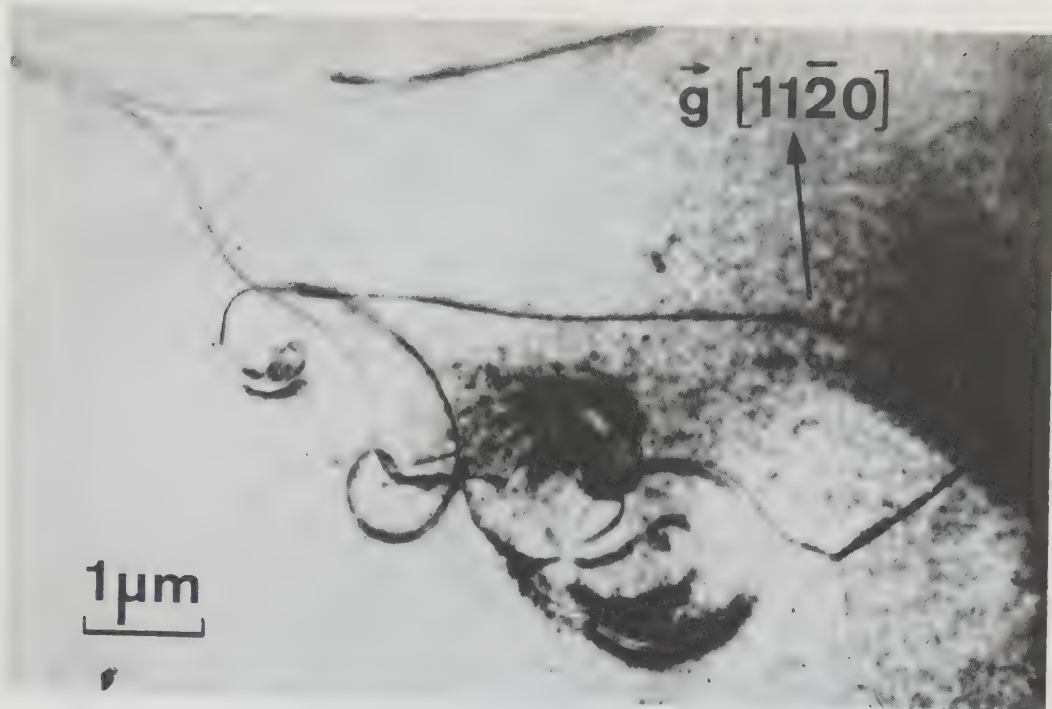


FIGURE 3-A



A

B

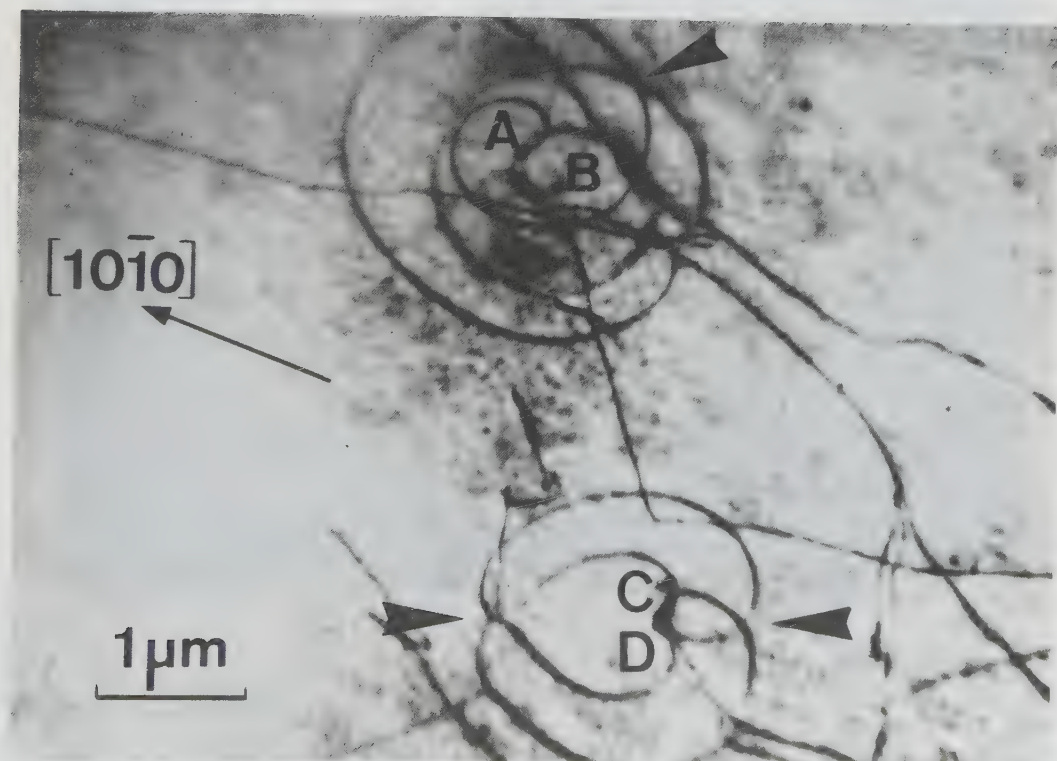
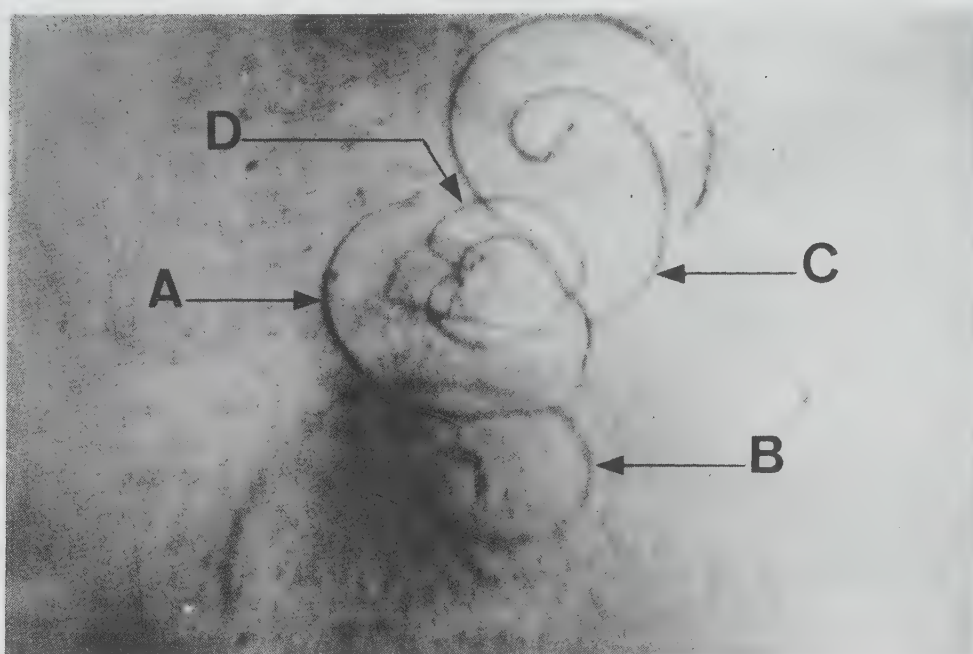
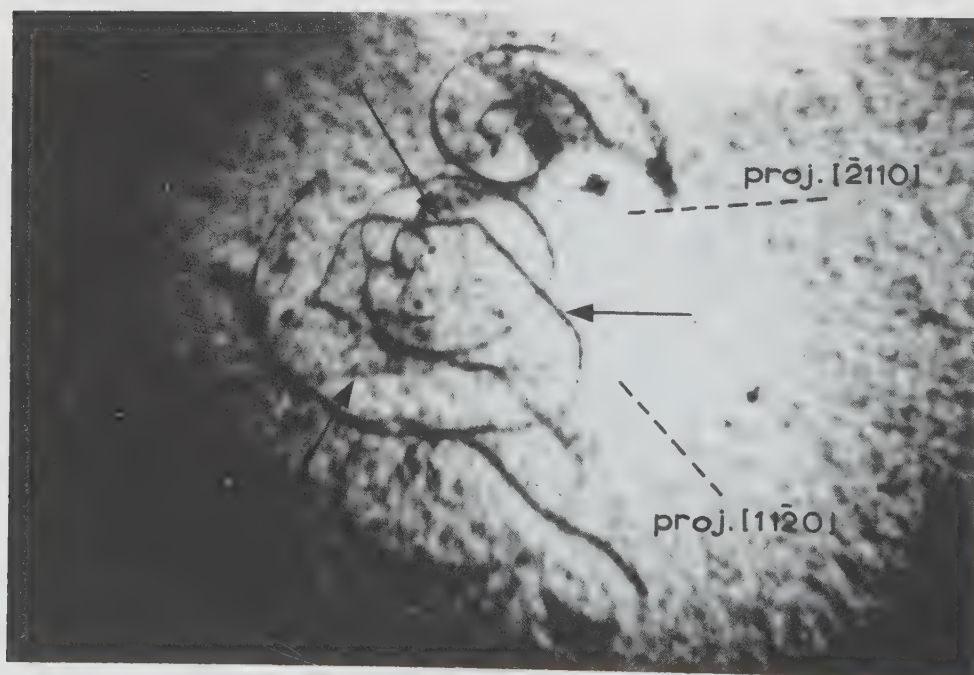


FIGURE 1-B



a) $t=0$ min

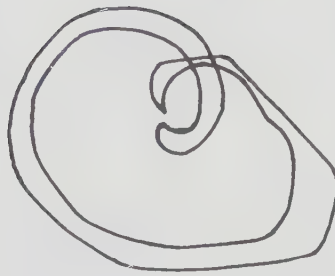
$[10\bar{1}0]$



b) $t=10$ min

$1\mu\text{m}$

FIGURE 2-B



Source A



Source B

FIGURE 3-B

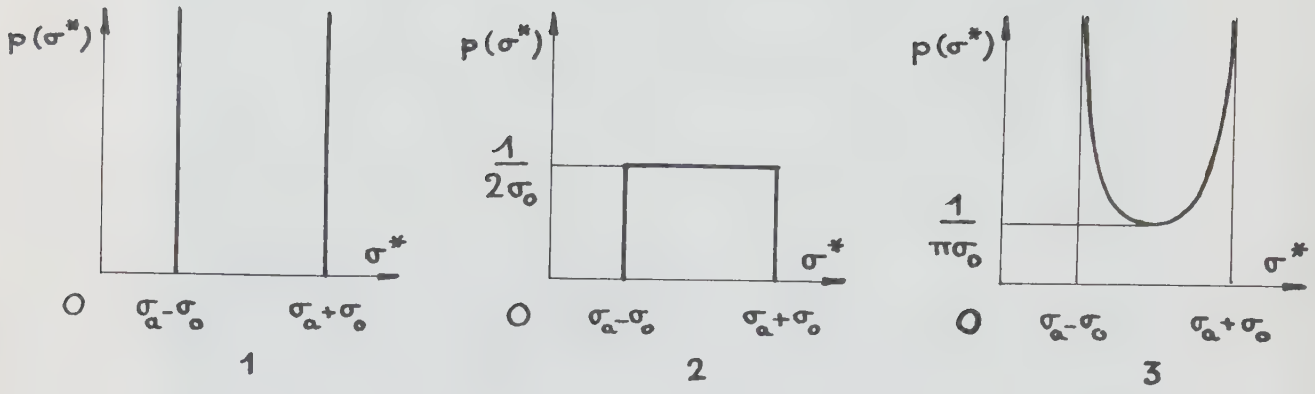


FIGURE 1-D

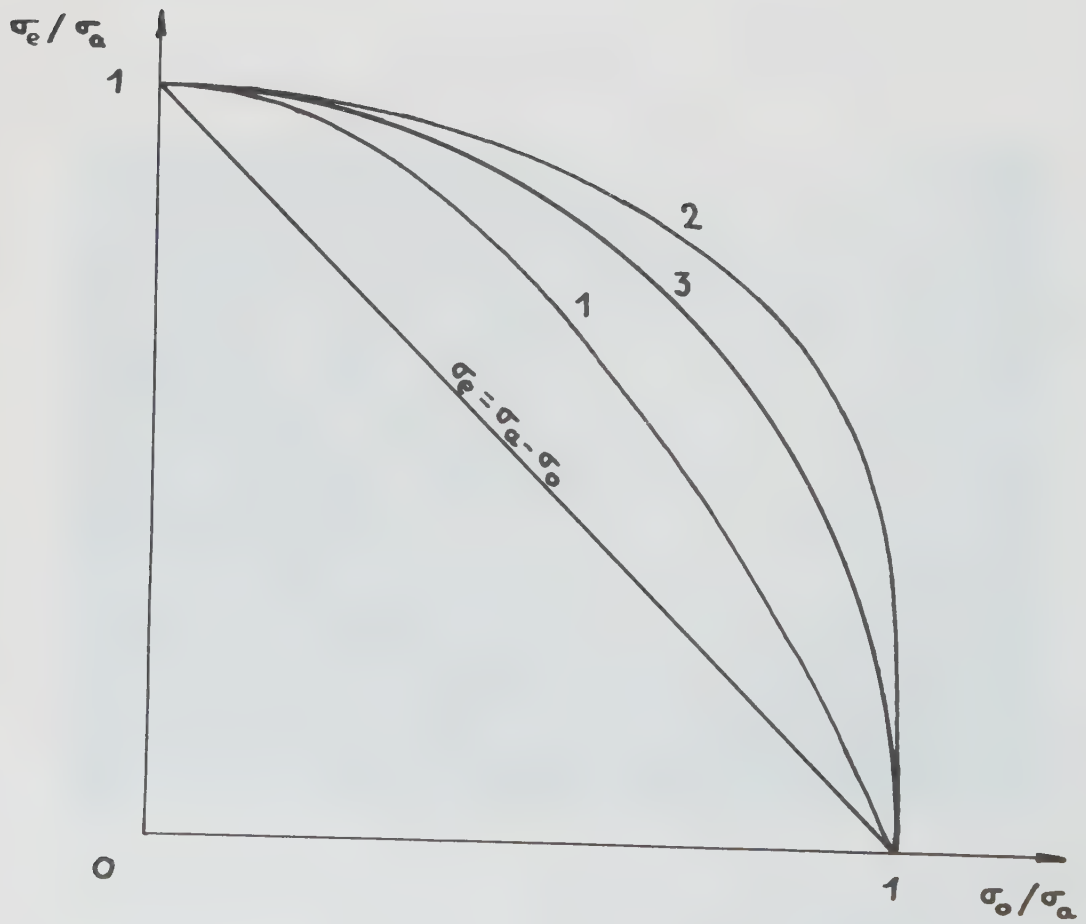


FIGURE 2-D

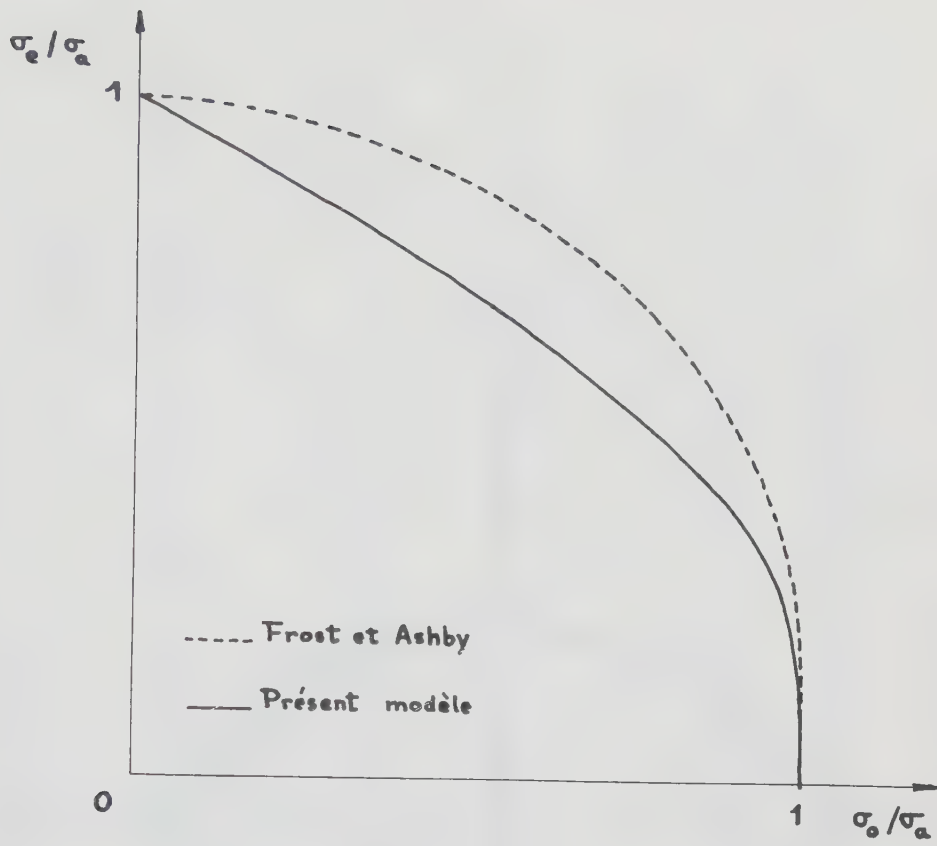


FIGURE 3-D

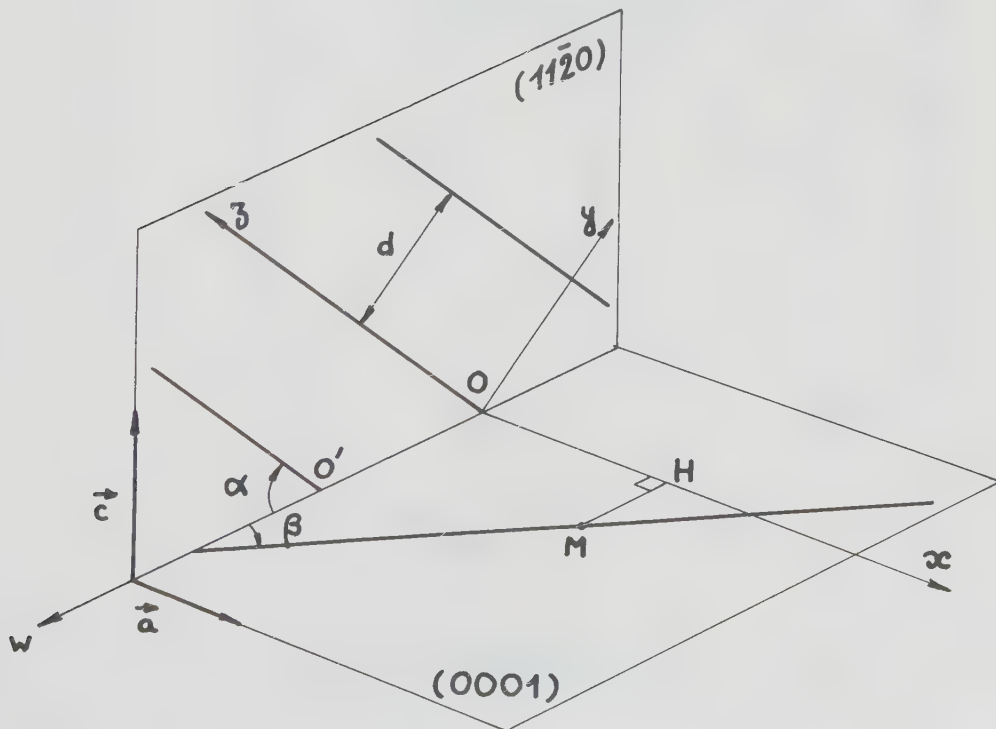
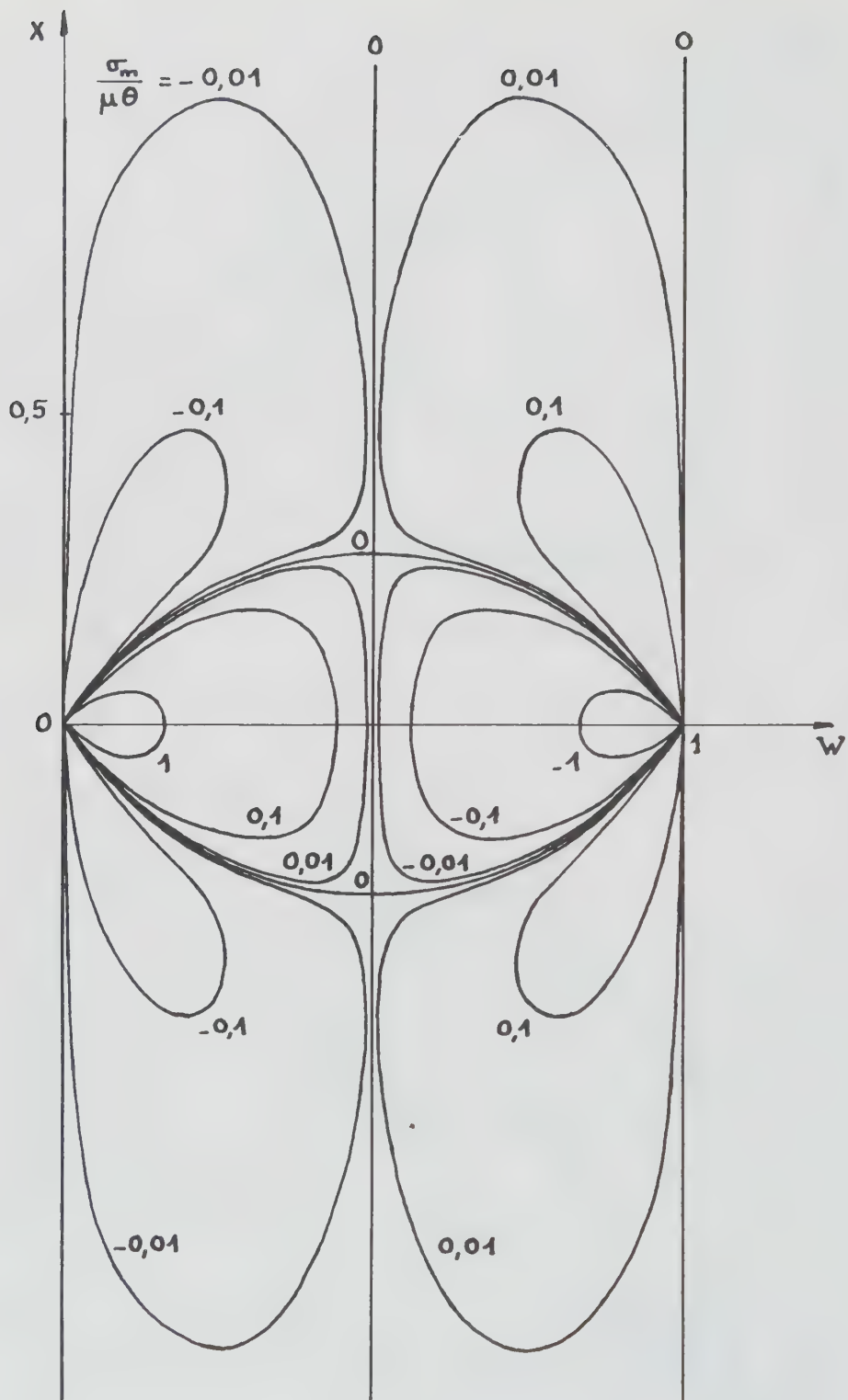
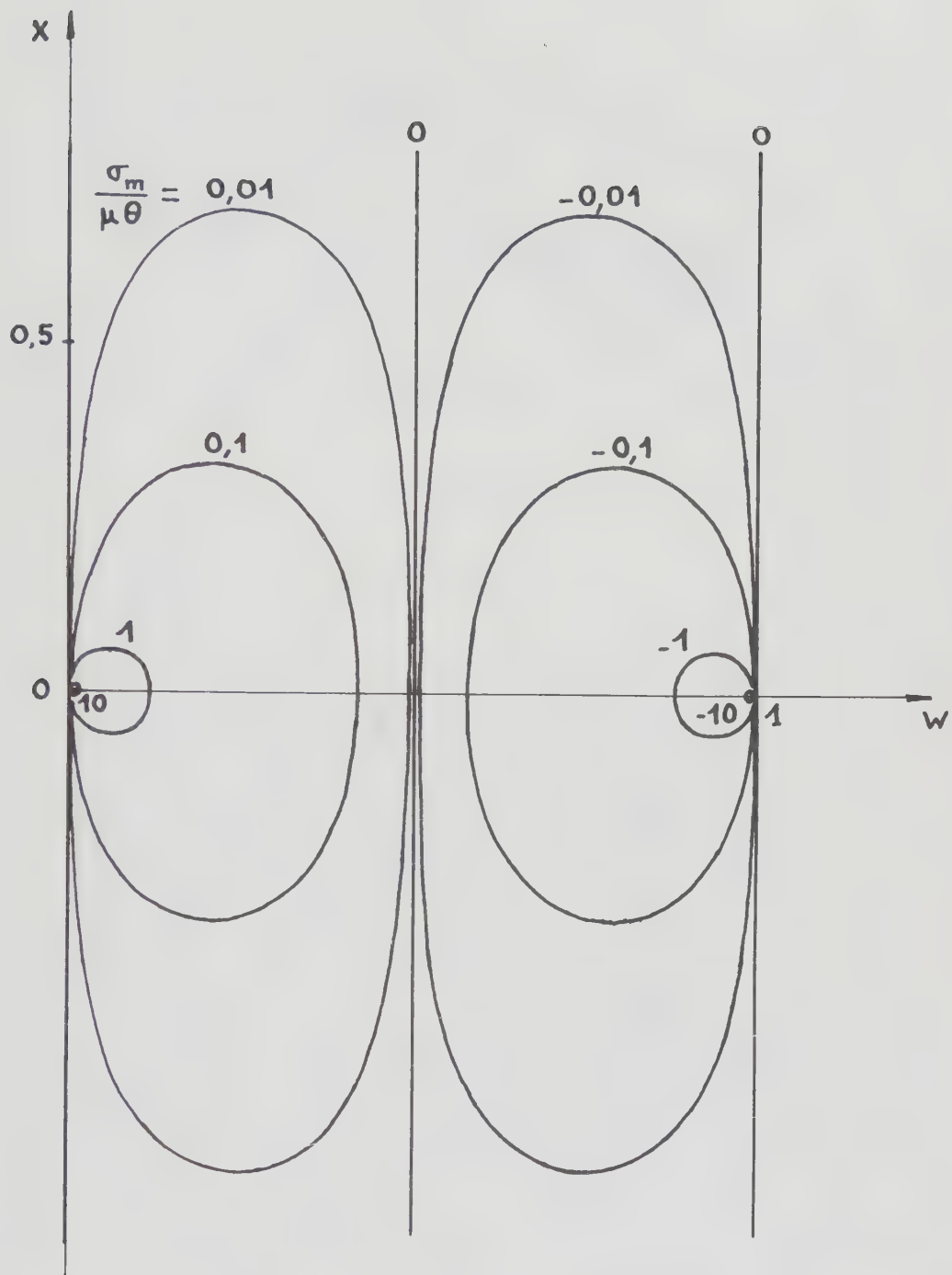


FIGURE 1-E



$\alpha = 30^\circ$

FIGURE 2-E (a)



$$\alpha = 90^\circ$$

FIGURE 2-E (b)

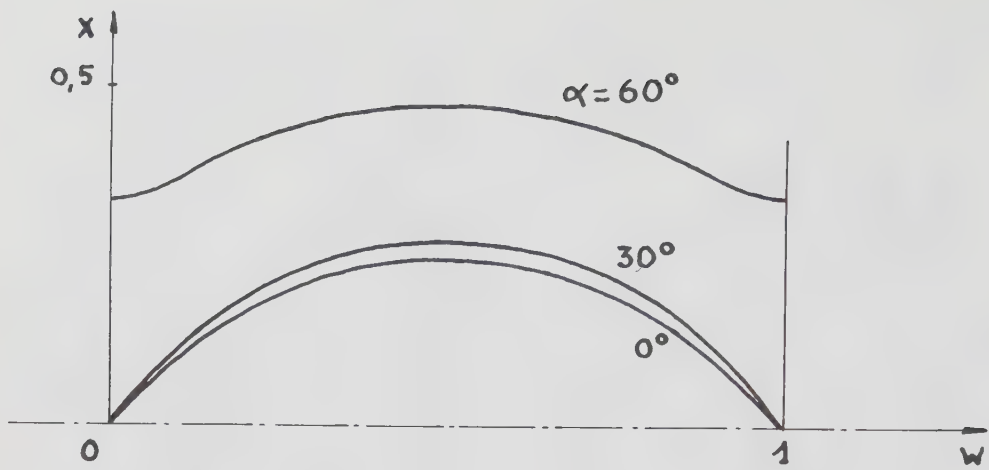


FIGURE 3-E

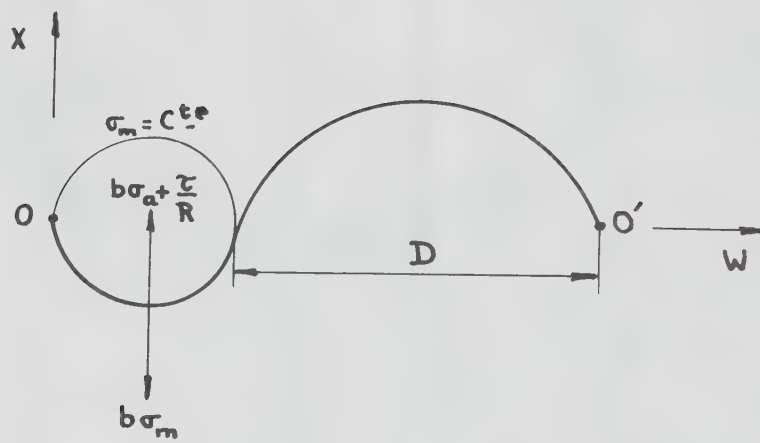


FIGURE 4-E

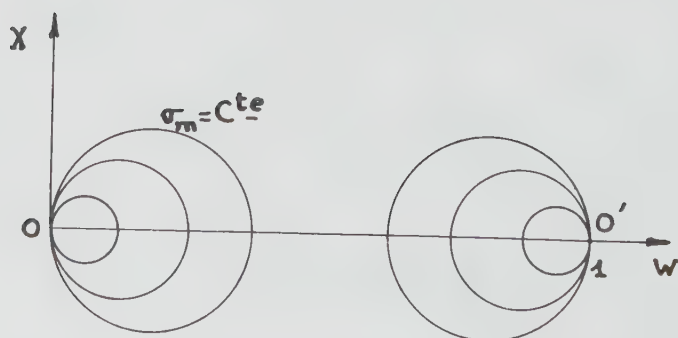


FIGURE 5-E

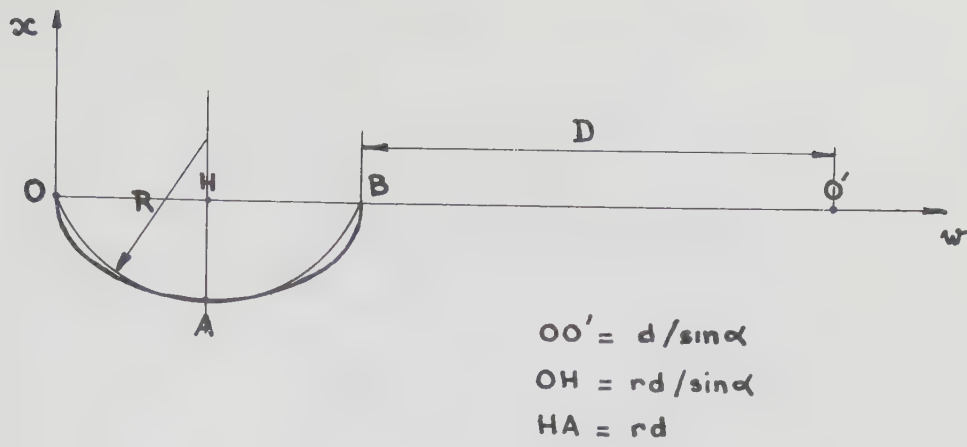


FIGURE 6-E

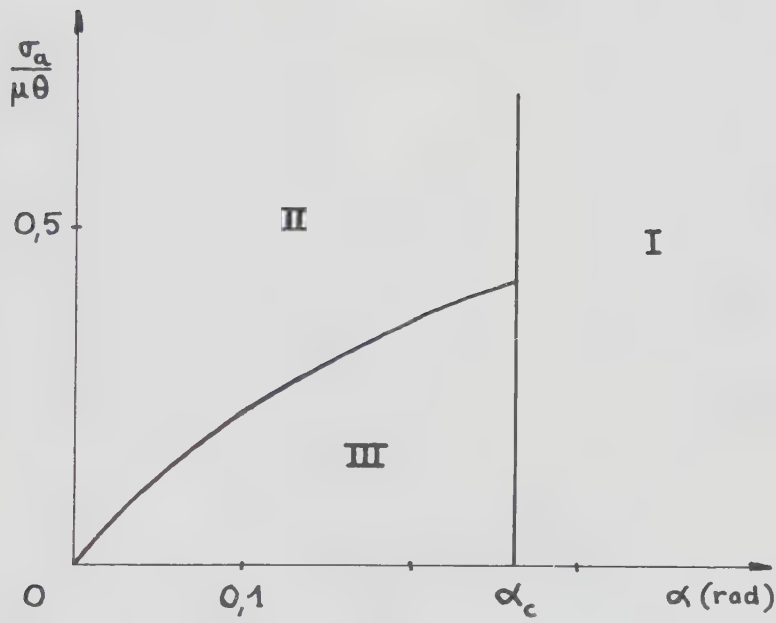


FIGURE 7-E

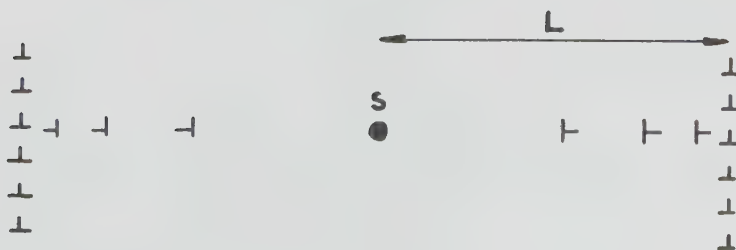


FIGURE 8-E

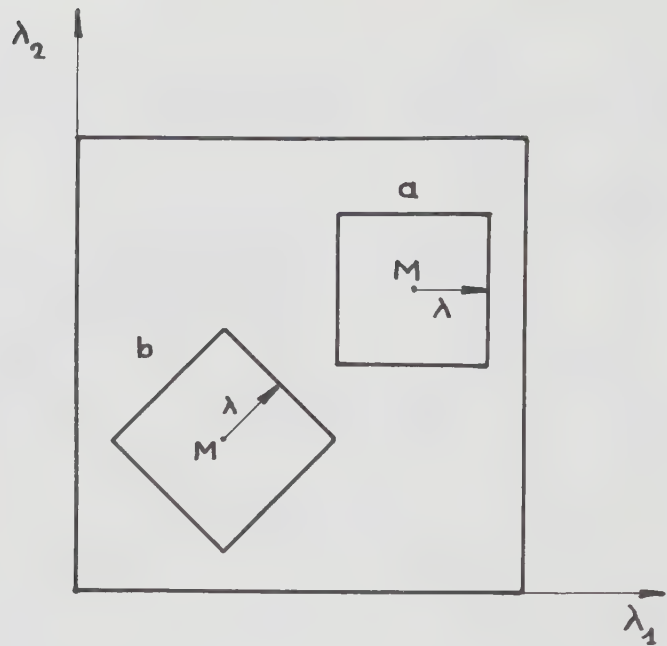


FIGURE 1-F

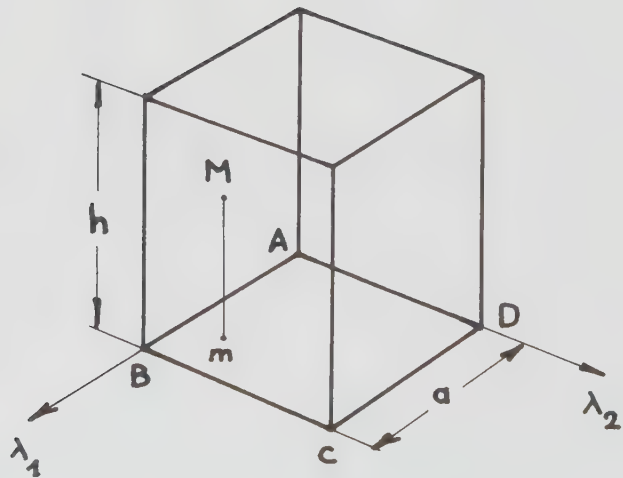


FIGURE 2-F

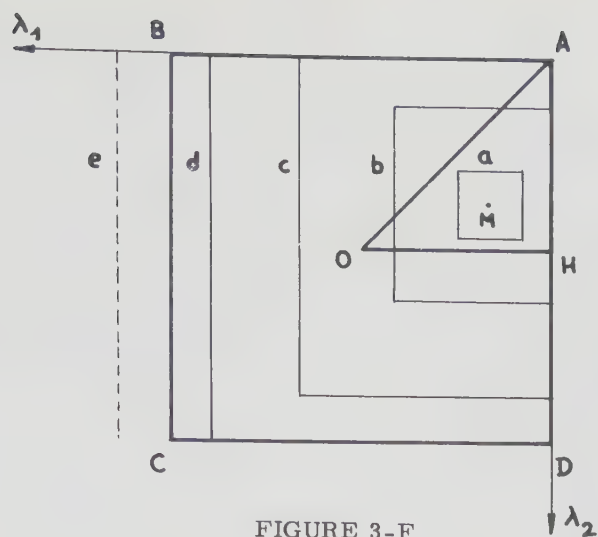


FIGURE 3-F

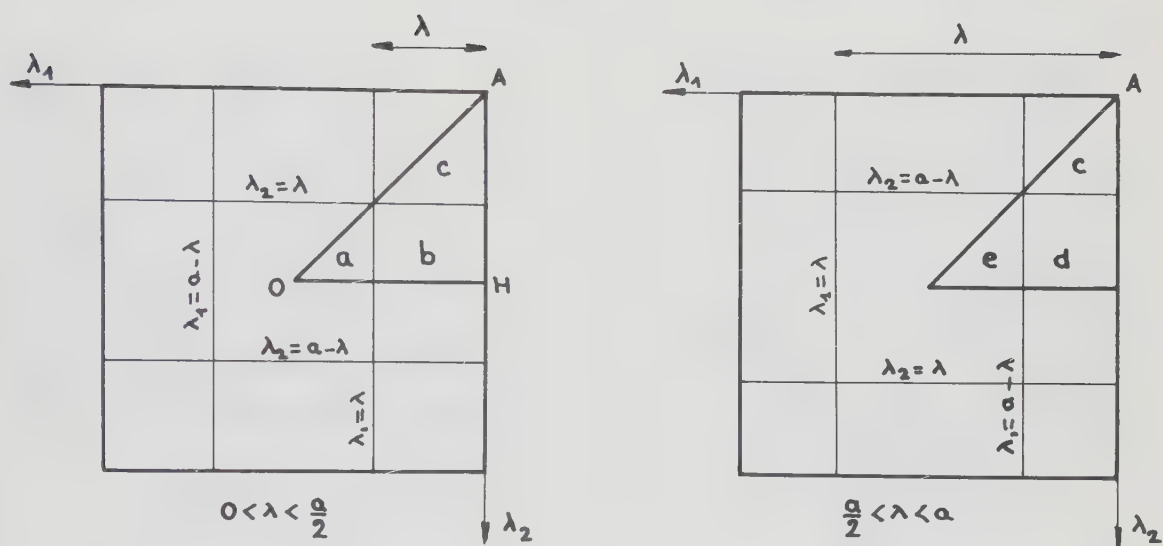


FIGURE 4-F

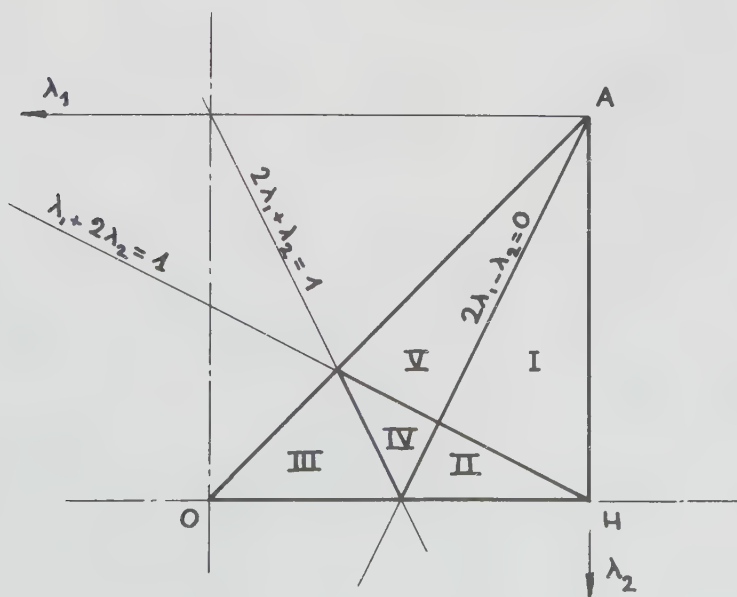
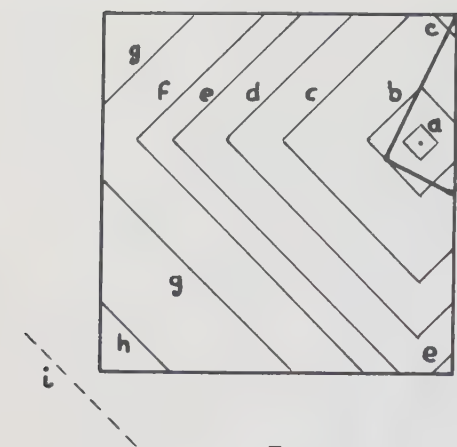
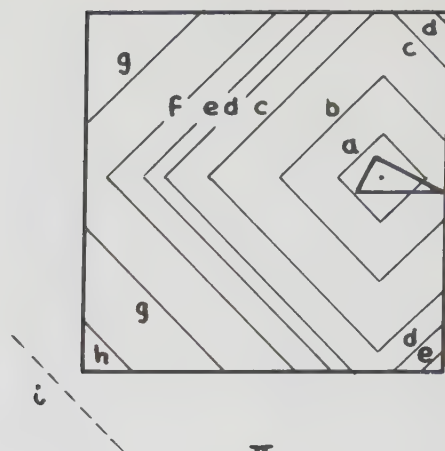


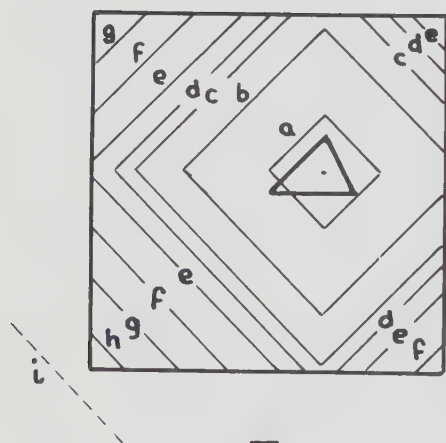
FIGURE 5-F



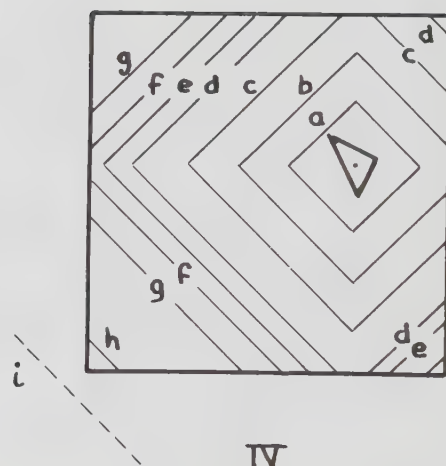
I



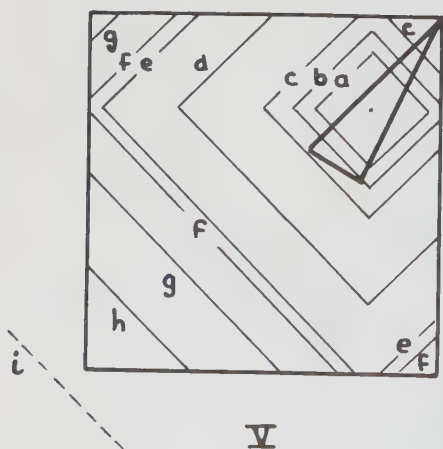
II



III



IV



V

FIGURE 6 F

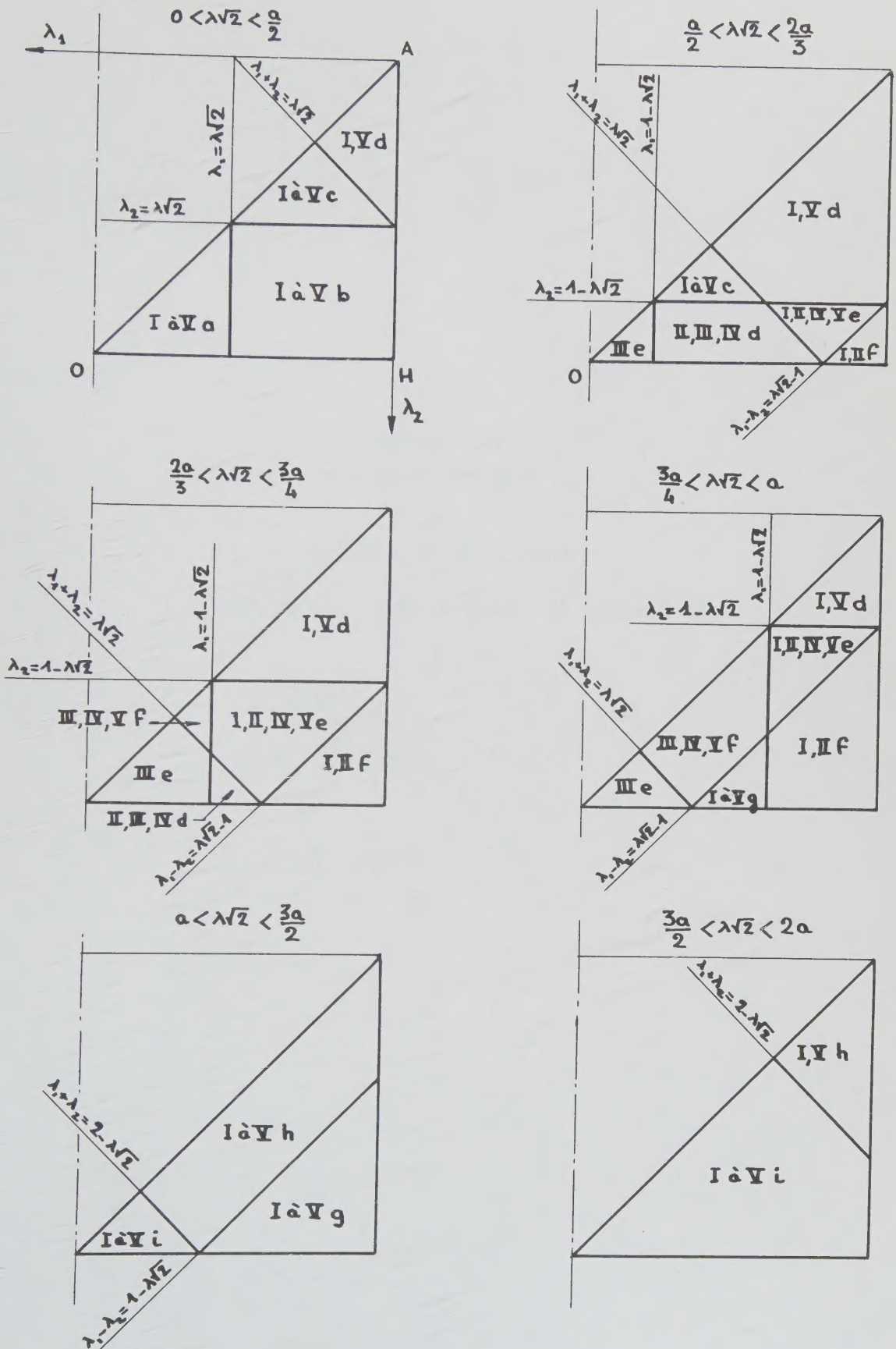
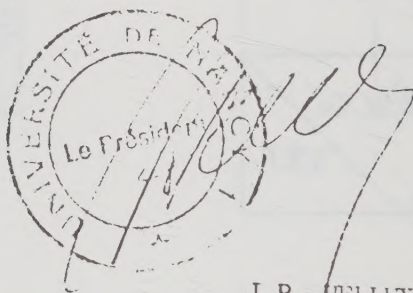


FIGURE 7-F

Vu, Approuvé
et permis d'imprimer

NANCY, le 30 Août 1972

Le Président du Conseil de l'Université de NANCY I



J.R. BELLOY

